

PROCESSING COPY

50X1-HUM

INFORMATION REPORT INFORMATION REPORT

CENTRAL INTELLIGENCE AGENCY

This material contains information affecting the National Defense of the United States within the meaning of the Espionage Laws, Title 18, U.S.C. Secs. 793 and 794, the transmission or revelation of which in any manner to an unauthorized person is prohibited by law.

S-E-C-R-E-T

50X1-HUM

COUNTRY East Germany/Other Bloc Countries

REPORT

SUBJECT Research Papers on Electro-Technical

DATE DISTR.

13 FEB 1960

Subjects - insulating materials
Silicon, Mica

NO. PAGES

2

50X1-HUM

DATE OF INFO.

PLACE & DATE ACQ.

50X1-HUM

SOURCE EVALUATIONS ARE DEFINITIVE. APPRAISAL OF CONTENT IS TENTATIVE.

twenty-one documents, in German, pertaining to research (in East Germany, Czechoslovakia, Poland, Rumania, and the USSR) on electro-technical subjects. The documents are as follows:

1. Polyester Resins; Their Manufacture, Characteristics, and Use. (East Germany; 19 pages)
2. The Status of Development in the Field of Silicons in East Germany. (24 pages)
3. Silicon Insulating Materials (East Germany; 4 pages)
4. The Status of the Production of Insulating Materials from a Mica Paper Base. (East Germany; 5 pages)
5. The Use of Silicon - Organic Compounds in Electro - Technology. (East Germany; 15 pages)
6. The Status and Development of the Manufacture of Silicon - Organic Compounds in the USSR. (10 pages)¹
7. The Use of Glass Fibers as Insulating Materials in the Electronics Industry of Czechoslovakia. (20 pages)
8. The Manufacture of Epoxyd Casting Resins in Czechoslovakia. (19 pages)
9. The Use of Epoxyd Resins in the Czechoslovak Electro - Technical Industry. (8 pages)
10. Mica and Mica Insulating Materials. (East Germany; 20 pages)
11. Polyethylene in Cable Technology. (East Germany; 9 pages)
12. Polyethylene in the Construction of Condensers. (East Germany; 9 pages)
13. Experimental Fabrication from Polyester Resins in Schkopau and the Characteristics of the Locally Produced Types. (East Germany; 6 pages)
14. Problems of Usage of Epoxyd Resins in the Polish Electronics Industry. (22 pages)²
15. The Manufacture of Electro - Insulating Lacquers in Rumania (16 pages)³
16. The Quality of Rumanian Micas and the Products Which Will Be Manufactured from Mica. (19 pages)
17. The Present Status of Research on Epoxyd Resins in Rumania. (11 pages)
18. The Manufacture of Enamelled Wire in the USSR. (15 pages)
19. The Manufacture and Use of Mica Paper in the USSR. (13 pages)

S-E-C-R-E-T

50X1-HUM

STATE	X	ARMY	X	NAVY	X	AIR	X	FBI	X	AEC	X	OSI EV	X	ORR EV	X
-------	---	------	---	------	---	-----	---	-----	---	-----	---	--------	---	--------	---

(Note: Washington distribution indicated by "X"; Field distribution by "#")

INFORMATION REPORT INFORMATION REPORT

S-E-C-R-E-T
-2-

50X1-HUM

20. The Manufacture of Epoxyd Resins and the Status of Development. (East Germany; 25 pages)
21. The Use of Epoxyd Casting Resins in the Construction of Condensers. (East Germany; 7 pages)

50X1-HUM

S-E-C-R-E-T

POOR ORIGINAL

50X1-HUM

Polyesterharze,
ihre Herstellung, Eigenschaften und Anwendung

Dr. Alfred Wende,
Laboratorium für Kunststoffe der Deutschen Akademie der
Wissenschaften zu Berlin

Gießharze auf der Basis ungesättigter Polyesterharze bestehen aus einem polymerisationsfähigen ungesättigten Polyester und einer monomeren polymerisationsfähigen Vinyl- oder Allylverbindung. Dieses Zweistoffsystem aus einem ungesättigten Polyester und einem Monomeren wird in der Fachliteratur und Industrie als ungesättigtes Polyesterharz bezeichnet, obwohl die Aushärtung der beiden Komponenten nicht durch eine Kondensationsreaktion sondern durch Kopolymerisation erfolgt und deshalb auch keine niedermolekularen Produkte mehr abgespalten werden.

Bei den klassischen Kondensationsharzen, die Bakeland mit den Phenol-Formaldehyd-Prekmassen schuf und 1908 in seinem "Druck- und Hitze patent" niederlegte, werden in der ersten Stufe Makromolekül-Bausteine durch Kondensation aufgebaut, die noch reaktionsfähige Atome oder Atomgruppen zur Weiterkondensation besitzen. In der zweiten Stufe werden dann die noch schmelzbaren polymeren Kondensationsprodukte (Resole) mit oder ohne Harzträger nach den bekannten Verfahren durch Fortsetzung der Kondensation vernetzt und ausgehärtet. Die Stufe der Aushärtung fällt mit dem durch Druck und Hitze bewirkten Formgebungsprozeß zusammen. Dabei erfordert die Stufe der Aushärtung, die mit dem Formgebungsprozeß zusammenfällt, hohe Temperaturen für die Fortsetzung der Kondensationsreaktion sowie hohe Drucke, damit die dabei abgespaltenen niedermolekularen, gasförmigen Produkte vollständig, ohne Hohlräume im duroplastischen Werkstoff zu hinterlassen, herausgepreßt werden können.

- 2 - 50X1-HUM

POOR ORIGINAL

- 2 -

Der technische Fortschritt in der Industrie forderte neue Duroplasten, die in nicht ausgehärtetem Zustand gut fließbar und leicht vergießbar sind, bei der Aushärtung keine niedermolekularen Produkte mehr abspalten, alle Formen ohne Anwendung von Druck vollständig ausfüllen, auch bei niederen Temperaturen vernetzen und daher im Gegensatz zu den klassischen Duroplasten Bakelands bereits ohne Anwendung von "Druck und Hitze" bei niederen Temperaturen und Drücken verarbeitet werden können. Solche gut fließbaren, leicht vergießbaren, druck- und hitzelos aushärtbaren Duroplasten führten zu einer wesentlichen Vereinfachung und Verbilligung der Anwendungs- und Verarbeitungstechnik. Die Elektroindustrie z. B. erhielt einen neuen Werkstoff, der gegenüber dem Elektroisierporzellan beim Einbetten von strom- und spannungsführenden Teilen beachtliche technische und wirtschaftliche Vorteile brachte.

Kurz vor dem zweiten Weltkriege erkannte man gleichzeitig in den USA, der Schweiz und Deutschland, daß man den Harzbestandteil grundlegend verändern muß, wenn man zu neuen Duroplasten mit den eben aufgeführten Eigenschaften kommen will, und die wissenschaftliche Entwicklung der beiden wichtigsten Vertreter der heute bekannten Gießharze, der Epoxyd- und der ungesättigten Polyesterharze, begann.

Der chemische Aufbau der ungesättigten Polyesterharze erfolgt in der ersten Stufe durch Kondensation. Dabei werden ungesättigte Dikarbonsäuren mit zweiwertigen Alkoholen thermisch verestert. Um unerwünschte Nebenreaktionen zu vermeiden, die zum vorzeitigen Gelieren der Reaktionsmasse führen, sind optimale Temperaturen einzuhalten und es muß im sauerstofffreien Medium gearbeitet werden.

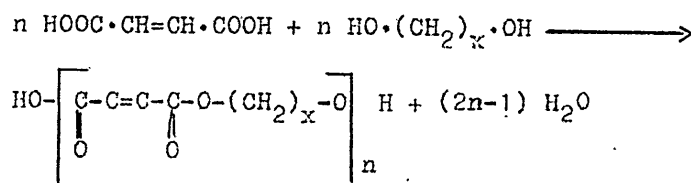
Als ungesättigte Dikarbonsäuren werden bisher fast ausschließlich die Maleinsäure bzw. ihr Anhydrid und die Pimarsäure eingesetzt. Mit ihr können sowohl billige niedere als auch höhere Glykole und Glykoläther wie Äthylenglykol, 1.2- und 1.3-Propylen-

- 3 -

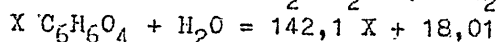
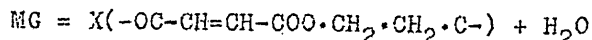
POOR ORIGINAL

- 3 -

glykol, Butylenglykol, 1.5-Pentandiol, 1.6-Hexandiol, Diäthylenglykol, Triäthylenglykol u. a. nach dem altbekannten Mechanismus verestert werden:



Die Kondensation erfolgt in bekannter Weise in einer Apparatur wie sie Abb. 1 ⁽¹⁾ zeigt, oder in Rührkesseln bei höheren Temperaturen von etwa 160-200° C. Meist wird zu dem noch ein saurer Veresterungskatalysator wie p-Toluolsulfonsäure verwendet. Temperaturen über 200° C können bereits zur Vernetzung der Doppelbindung und zur Unlöslichkeit des Ansatzes führen. Um bei der Kondensationstemperatur die Vernetzung der linearen Polyesterketten über die ungesättigten Bindungen durch Luftsauerstoff zu verhindern, erfolgt die Umsetzung unter Stickstoff- oder Kohlendioxidatmosphäre. Zweckmäßig ist es zudem noch, dem Reaktionsgemisch Inhibitoren wie Hydrochinon u. a. zuzusetzen. Das durch die Apparatur geschickte indifferente Gas dient gleichzeitig als Treibgas, das das entstehende Wasser fortlaufend aus dem Gleichgewicht entfernt. Damit die gute Löslichkeit des polymeren ungesättigten Esters in den monomeren Kopolymerisationskomponenten erhalten bleibt, sollen die mittleren Molekulargewichte nicht über 3000 hinausgehen. Bei der kleintechnischen Herstellung läßt sich das ungefähre Molekulargewicht und die Kettenlänge mit genügender Genauigkeit aus der Säurezahl bestimmen. So errechnet man z. B. aus einem Polymaleinsäureäthylenglykolester, dessen Säurezahl 68 beträgt, ein Molekulargewicht von ungefähr 825 mit 6 Kondensationseinheiten.



$$\text{SZ} = \frac{56 \cdot 100}{\text{MG}} \quad X = \frac{56 \cdot 100}{142,1 \cdot 60} - \frac{18,01}{142,1}$$

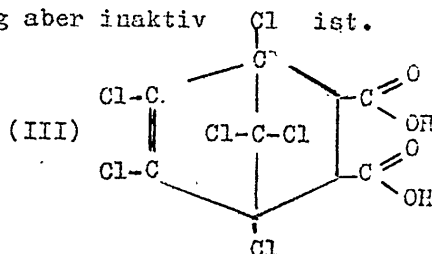
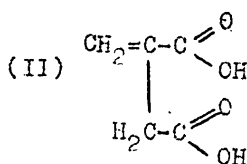
- 4 -

POOR ORIGINAL

- 4 -

Die ungesättigten Polyester fallen je nach der Größe ihres Molekulargewichtes als dicke Öle, Balsame und Weichharze an, die bei reinen Ausgangssubstanzen optisch klar und farblos sind, sonst aber auch in undurchsichtigem bzw. transparentem Zustand honig- bis bernsteingelb anfallen. Maleinatöle weisen eine Säurezahl über 100, Balsame zwischen 50-100 und Weichharze unter 50 auf.

In den USA werden als ungesättigte Säuren außer Maleinsäureanhydrid noch die Itakonsäure ⁽²⁾ (II) und das Hexachlorderivat der 3,5-Endomethylen-tetrahydrophthalsäure bzw. die 1.4.5.6.7.7-Hexachlordicyclo-5-hepten-2.3-dicarboxylsäure (III) eingesetzt, deren Doppelbindung aber inaktiv ist.



Die Itaconsäure wird durch Vergärung von billigen Kohlehydraten technisch hergestellt. Der Preis liegt bei 1,30 \$ je kg. Durch Kondensation der 1.4.5.6.7.7-Hexachlordicyclo-5-hepten-2.3-dicarboxylsäure mit Glykolen entwickelte die Hooker Electrochemical Company, Niagara Falls, N.Y. ⁽³⁾, ein ungesättigtes Polyesterharz, das unter dem Handelsnamen "Heteron" vertrieben wird, das eine wesentlich verbesserte Feuerbeständigkeit, eine hohe Brandsicherheit sowie eine gute Temperaturbeständigkeit aufweist. Ein Zusatz von Antimonoxyd erhöht diese Eigenschaften noch. Das Harz enthält ~50 % dieser Säure, so daß der Chlorgehalt bei 30 % liegt. Der Chlorgehalt verleiht dem Produkt die hohe Feuerbeständigkeit, verschlechtert aber gleichzeitig die Alterungsbeständigkeit, die aber durch Stabilisierung verbessert werden kann. Das Harz wurde zur Herstellung feuersicherer glasfaserverstärkter Niederdruck-Preßplatten mit

- 5 -

60:65.57/1-19 (4)

POOR ORIGINAL

- 5 -

60 % Glasfasergehalt vor allem in der Bauindustrie und im Schiffsbau eingesetzt. Das Wasseraufnahmevermögen beträgt nur 30 bis 50 % der üblichen ungesättigten Polyesterharze. Gegenüber Säuren und Salzlösungen ist das Harz gut, gegen Chlorkohlenwasserstoffe weniger gut beständig.

Die 3.6-Endomethylenhexachlorphthalsäure wird mit Maleinsäureanhydrid in Molverhältnis 1:0,7 und der äquimolekularen Menge an Äthylenglykol oder Diäthylenglykol verestert, mit 0,03 % Hydrochinon als Inhibitor versetzt und zu 100 Teilen des Polyesters 30 Teile Styrol gegeben. Die Harz-Harter-Mischung wird mit 0,5 % Benzoylperoxyd zwei Tage bei 50° C gehärtet und einen Tag bei 80° C nachgehärtet. Die Wärmebeständigkeit dieser Harztypen beträgt 175° C. Die Zersetzung beginnt oberhalb 330°. Bei Verwendung der 3.6-Endodifluormethylentetrachlorphthalsäure erreicht die Wärmebeständigkeit fast 200° C. Beide Harztypen sind unbrennbar, und sie sollen gute elektrische Eigenschaften besitzen. Werte sind von den Verfassern jedoch nicht angegeben worden. Für die mechanischen Eigenschaften, aber auch die Verformfestigkeit, Alterungsbeständigkeit und die elektrischen Eigenschaften des fertigen ungesättigten Polyesterharzes ist sowohl der Abstand als auch die Zahl der Doppelbindungen in der polymeren Esterkomponente von wesentlicher Bedeutung. So liegen z.B. im Polyäthylenglykolmaleinat die Doppelbindungen sehr eng nebeneinander und in großer Zahl vor. Bei einem Polyester aus 1.6-Hexandiol und Maleinsäureanhydrid ist die Zahl der Doppelbindungen bereits geringer und der Abstand größer. Bei der Mischpolymerisation mit monomeren Vinylverbindungen erhält man einmal sehr harte und spröde, im letzten Falle schon elastischere Produkte. Die Eigenschaften können auch weiter differenziert werden, wenn neben der Verwendung höherer Glykole, insbesondere von Polyglykolen, noch aliphatische oder aromatische gesättigte Dicarbonsäuren eingebaut werden. Durch Mischkondensation mit bzw. Mitkondensation von gesättigten zweibasischen Säuren kann die ungesättigte funktionelle Gruppierung im Makromolekül beliebig vermindert und damit die Verknüpfungsstellen für die Vernetzung bzw. der Grad der Aushärtung nach Maßgabe der gewünschten Eigenschaften verändert werden. In der Praxis werden bevorzugt Phthalsäureanhydrid, Adipin- und Bernsteinsäure verwendet.

- 6 -

So:65.57/1-19 (1)

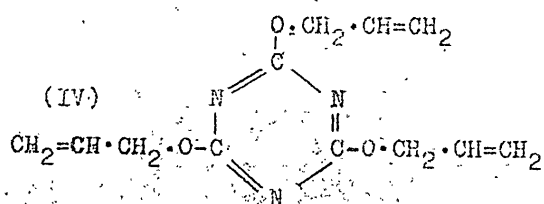
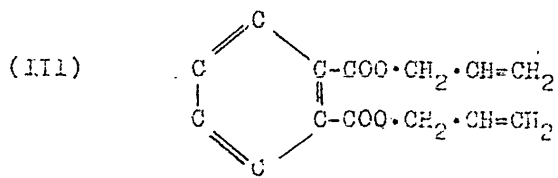
POOR ORIGINAL

- 6 -

Das planmäßig aufgebaute lineare Makromolekül mit vorbestimmter Struktur, Kettenlänge und Doppelbindungszahl wird nun in der zweiten Stufe des Aufbaus der ungesättigten Polyesterharze in monomeren Vinyl- oder Allylverbindungen gelöst. Die ungesättigte Polyester-Monomeren-Lösung wird dadurch gut fließbar, leicht vergießbar, unter Anwendung geeigneter Katalysator-Beschleuniger-Systeme druck- und hitzeelos ohne Absaltung von Nebenprodukten durch Polymerisation einfach und billig aushärtbar bzw. verarbeitbar. Die Reaktivität der Harz-Härter-Mischung hängt in wesentlichen von der Zahl der Doppelbindungen im polymeren Anteil, dem Katalysator-Beschleuniger-System und der Vinyl- oder Allylkomponente ab.

Von den Vinylverbindungen sind als zweite Komponente des ungesättigten Polyesterharzes zahlreiche Verbindungen wie Styrol, Vinylacetat, Methylacrylsäuremethylester, Acrylnitril u. a. möglich. In der Technik wird jedoch fast ausschließlich das billige und allen Anforderungen genügende Styrol verwendet. Mit Vinylverbindungen kombinierte polymere ungesättigte Ester können kalt und warm gehärtet werden.

Trotzdem gewinnen die Allylmonomeren, Diallylphthalat und Triallylaminat, ständig an Bedeutung.



- 7 -

68-65,49/1-10 (H)

POOR ORIGINAL

- 7 -

Ungesättigte Polyester mit Diallylphthalat vernetzt ergeben Harze mit verbesserter und mit Triallylcyanurat mit ausgezeichneter Wärmebeständigkeit. Harz-Härter-Mischungen, die Allylmonomere enthalten, müssen in der Wärme ausgehärtet werden, da die Kalthärtung auch bei Verwendung von Beschleunigern sehr lange dauert.

Ungesättigte Polyesterharze mit Triallylcyanurat ausgehärtet wurden in den USA auf Anregung der USA-Luftwaffe entwickelt (4).

Die Wauwatuck Chemical Dev. der USA-Rubber Co. liefert derartige ungesättigten Polyesterharze unter dem Handelsnamen "Vibrin X-1047", das Laminac PDL 7-679 und Laminac PDL 7-680.

Beim Vibrin X-1047 handelt es sich um eine Mischung aus Triallylcyanurat und einem ungesättigten Alkydharz mit einer Ausgangsviskosität von 4500 cP bei 25° C. Das spezifische Gewicht der strohgelben Flüssigkeit beträgt 1,209, die Lagerungszeit kann bei 25° ungefähr 6 Monate, bei 70° noch ungefähr 48 Std. betragen. Der mit 1,5 % Benzoylperoxyd vernetzte Polyester ist bei 25° C noch ungefähr 48 Std. gebrauchsfähig. Die Schrumpfung bei der Polymerisation beträgt ungefähr 9,5 %, so daß füllstofffreie Gießlinge ein spezifisches Gewicht von 1,336 aufweisen. Die Wasseraufnahme beträgt innerhalb von 24 Std. bei 25° C 0,73 %. Die elektrischen Werte sind gut ($DK = 2,78$; $tg \delta = 0,014$). Sie werden durch die Wasseraufnahme nicht verschlechtert.

Gute Formbeständigkeit und gute mechanische Eigenschaften auch bei längerer Lagerung bei hohen Temperaturen, geringe Veränderungen der elektrischen Eigenschaften über einen weiten Temperaturbereich hinaus, Verringerung der Brennbarkeit, hohe Beständigkeit gegen Lösungsmittel und andere Chemikalien sind die Hauptvorteile der auf Grundlage von Triallylcyanurat aufgebauten Polyester. Zur Zeit ist das Triallylcyanurat noch wesentlich teurer als Styrol. Es wurde in Deutschland von der DEGUSSA entwickelt und seine Polymerisationsfähigkeit geprüft.

- 8 -

60:65.57/1-19 (4)

POOR ORIGINAL

- 8 -

Hergestellt wird Triallylcyanurat unter Umsatz von Cyanurchlorid bei 15 -20° C in Gegenwart von Natriumhydroxyd. Die Umsetzung erfolgt in ungefähr 4 Std. Die American Cyanamid stellt das Cyanurchlorid nach einer Lizenz der DEGUSSA her. X Die Eigenschaften der mit Triallylcyanurat vernetzten Harze zeigen, daß nicht nur Struktur, Kettenlänge und Doppelbindungsgehalt der polymeren Esterkomponente sondern auch das monomere Vernetzungsmittel die ausgehärteten Produkte wesentlich beeinflussen. Die Aushärtung erfolgt durch Kopolymerisation unter Verwendung organischer Peroxyde als Katalysatoren, denen noch Beschleuniger zugesetzt werden können. Die verarbeitungsfertige Harz-Härter-Mischung besteht dann aus dem ungesättigten Polyester, dem Monomeren und dem Katalysator-Beschleuniger-System. Letzteres ist entscheidend für die Dauer und die Temperatur des Härtungsvorganges und es beeinflusst die Eigenschaften des Endproduktes ebenfalls. Da die Polymerisation bei normaler Temperatur anwendungstechnisch besondere Vorteile bietet, wurden Peroxyde entwickelt, die bei den verschiedensten Temperaturen zerfallen, so daß für jede gewünschte Partemperatur ein spezifischer Katalysator bzw. ein Katalysator-Beschleuniger-System zur Verfügung steht. Insbesondere bei der Kalthärtung wird der Zerfall der Peroxyde begünstigt und die Härtungszeit sowie die Mindesthärte-temperatur herabgesetzt. Als Beschleuniger werden in der Praxis organische Verbindungen des Kobalt (Kobaltphthalat) sowie tertiäre Amine (Dimethylanilin) bevorzugt eingesetzt. Die wichtigsten technisch erzeugten Katalysatoren für die Kalthärtung sind:

1-Hydroxycyclohexylhydroperoxyd-1 (Anonperoxyd), Cumolhydroperoxyd, Methyläthylketonhydroperoxyd; für die Warmhärtung: Methyläthylketonperoxyd, Lauroylperoxyd, Cyclohexanonperoxyd, 2,4-dichlorbenzoylperoxyd, Benzoylperoxyd, Cumolhydroperoxyd.

X In der DDR wird die Produktion von Cyanurchlorid vorbereitet.

- 9 -

So:65.57/1-19 (+)

POOR ORIGINAL

- 9 -

Von den schwedischen Forschern E. Berndtsson und L. Turunen wurden Arbeiten über die Härtung ungesättigter Polyesterharze veröffentlicht (5). Sie führten mit verschiedenen Katalysatoren und Katalysator-Beschleuniger-Systemen (abgekürzt KBS) vergleichende Untersuchungen über deren Eignung zur Härtung bei niedrigen und hohen Temperaturen durch. Weiter prüften sie den Einfluß auf die Eigenschaften der Fertigprodukte, den die Katalysator-Systeme sowie Härtungstemperatur und Härtezeit ausüben. Die Untersuchungen wurden an der technisch erzeugten Harztype "Soredur 9155 B" bzw. "Soredur H10", die sich aus 70 % polymeren ungesättigten Ester und 30 % Styrol zusammensetzen, ausgeführt. Als KBS wurden die Pasten BT (eine 50%ige Lösung von Benzoylperoxyd in Dibutylphthalat) und CHF (eine 60%ige Lösung von 1-Hydroxycyclohexylhydroperoxyd-1 in Dibutylphthalat) verwendet, die als beschleuniger Dimethylanilin und Kobaltnaphthenatlösung enthielten.

Die Polymerisationskurven der Abb. 2 und 3 von "Soredur 9155 B" zeigen die Gelzeiten und den exothermen Gipfelpunkt mit und ohne Füllstoff. Durch den Füllstoffzusatz wird der exotherme Gipfelpunkt herabgesetzt, die Gelzeit **erhöht**, die Schrumpfung vermindert. Die Gelzeit ist nach einem Vorschlag der amerikanischen Society of the Plastics Industry die Zeit, während der bei einer äußerlich auf 82° C erwärmten Harz-Härter-Mischung die Temperatur von 65° auf 87° C ansteigt.

Die Abb. 4, 5 und 6 zeigen den Zusammenhang zwischen Menge und Art des KBS und der Gelzeit bzw. der Härtungsgeschwindigkeit. Das System Benzoylperoxyd/Dimethylanilin ergibt keine besondere Steigerung der Reaktionsgeschwindigkeit bei Verwendung von mehr als 0,2 % Dimethylanilin. Beim System 1-Hydroxycyclohexylhydroperoxyd-1/Kobaltnaphthenat erfolgt sogar eine Verzögerung der Aushärtungszeit, wenn der optimale Anteil überschritten wird.

Bei der Aushärtung bei niedrigen Temperaturen zwischen 20 bis 40° verdoppelt sich die Härtungsgeschwindigkeit bei der Erhöhung der Temperatur um 10° und bringt damit eine erhebliche Zeiteinsparung bei der Aushärtung.

- 10 -

60:65.57/1-19 (4)

POOR ORIGINAL

- 10 -

Den Einfluß der Art und Menge des Katalysatorsystems auf die Eigenschaften des ausgehärteten Polyesterharzes zeigen die Abb. 7 und 8. Es wurde in weiten Grenzen sowohl der Katalysator- als auch der Beschleunigergehalt variiert, während die Aushärtung der 20 x 20 x 0,4 cm großen Platten bei 20° C und 24 Stk. erfolgte. Anschließend wurden die Platten einer Nachhärtung bei 70° C und 24 Stk. unterworfen. Dem oberen Teil der Abb. 7 ist zu entnehmen, daß das System 1-Hydroxycyclohexylhydroperoxyd-1 mit 0,2 % einer 6%igen Kobaltnaphthenatlösung die optimalen Werte für die Wärmeformbeständigkeit, Hiegsfestigkeit, Härte und Elastizitätsmodul in dem Intervall zwischen 1-4 % Katalysatorpaste erhält. Ein zu geringer Katalysatorgehalt gibt eine unvollständige Aushärtung, und ein sehr hoher Gehalt verschlechtert ebenfalls die Eigenschaften.

Das System Benzoylperoxyd und 0,1 % einer 10 %igen Lösung von Dimethylanilin in Styrol als Beschleuniger (unterer Teil Abb. 7) ergibt bei den mechanischen Eigenschaften verhältnismäßig konstante Werte. Die Wärmeformbeständigkeit strebt im Bereich von 2-4 % Katalysatorpaste (BT) einem Maximum zu. Der Vergleich der beiden KBS miteinander zeigt unter diesen Bedingungen keine wesentlichen Unterschiede der mit ihnen erhaltenen optimalen Eigenschaften. Wird die Menge des Katalysators konstant gehalten und die Menge der Beschleuniger variiert, so verschlechtern sich beim System Monoperoxid/Kobaltnaphthenat bei einem zu hohen Gehalt an Beschleuniger sämtliche Werte, wie aus Abb. 8 ersichtlich ist. Optimale Werte werden erhalten, wenn Mengen zwischen 0,1 bis 1 % einer 6 %igen Kobaltnaphthenatlösung verwendet werden. Beim System Benzoylperoxyd/Limethylanilin ist die Anwendung großer Mengen Beschleuniger mit Ausnahme der Härte ohne nachteilige Wirkung. Als Ergebnis ist festzustellen, daß mit den beiden KBS unter den angegebenen Härtungsbedingungen so ziemlich dieselben optimalen Werte erzielbar sind. Ferner beeinflussen allzu hohe Katalysator- und Beschleunigermengen die Eigenschaften der Fertigprodukte ungünstig.

Der Einfluß der Härtungstemperatur und der Härtungszeit wurde

- 11 -

60:65.57/1-19 (4)

POOR ORIGINAL

- 11 -

sowohl an füllstoff- und glasfaserfreien als auch an glasfaser-verstärkten ungesättigten Polyesterharzen bei Verwendung des gleichen KES untersucht. Die glasfaserverstärkten Platten wurden außerdem bei 100° C gehärtet. (Abb. 9 und 10).

Beim System Benzoylperoxyd/Limethylanilin verbessern sich die mechanischen Eigenschaften und die Wärmeformbeständigkeit wesentlich, wenn die Härtungstemperatur um 20° von 20° auf 40° C erhöht wird. Dabei steigen Biegefestigkeit und Elastizitätsmodul um etwa 40 bis 50 %. Diese Werte verglichen mit denen der Abb. 7 und 8 zeigen wiederum, daß nicht die Werte erhalten werden können, wie sie bei einer Nachhärtung bei 70° C erzielbar sind. Biegefestigkeit und Elastizitätsmodul erreichen bei einer Härtungstemperatur von 20° C nur 60 bis 70 % und bei 40° C nur 80 bis 90 % der Werte eines bei 70° C ausgehärteten Produktes. Die Wärmeformbeständigkeit ist bei 20° C Härtungstemperatur sehr niedrig und liegt ungefähr 30 % unter derjenigen eines bei hoher Temperatur ausgehärteten Harzes.

Der Einfluß der Härtungszeit auf die mechanischen Eigenschaften ist nicht so ausgeprägt wie der Einfluß der Härtungstemperatur. Die Biegefestigkeit zeigt eine Tendenz zur Erhöhung bei längerer Härtungszeit. Die Erhöhung der Wärmeformbeständigkeit ist dagegen eindeutig nachweisbar, und sie tritt vor allem in der ersten Periode der Härtung besonders in Erscheinung, während sie bei längerer und sehr langer Dauer nur noch unerheblich steigt.

B. Berndtsson und I. Turunen vermuten, daß sich bei der Härtung mit dem System Benzoylperoxyd/Limethylanilin bei niedrigen Temperaturen ein "eingefrorener Zustand" ausbildet. Das mit Glasfasern verstärkte Polyesterharz verhält sich im wesentlichen wie das unverstärkte Harz (s. Abb. 11/12). Bei der Erhöhung der Härtungstemperatur von 20 auf 30° C steigt der Elastizitätsmodul um 20 bis 30 %. Die Steigerung mit der Härtungszeit ist anscheinend umso höher je niedriger die Härtungstemperatur ist. Bei der Härtung bei 100° C steigen die mechanischen Eigenschaften um etwa 10 bis 15 % gegenüber der Härtung bei 40° C.

- 12 -

60:65.57/1-19 (4)

POOR ORIGINAL

- 12 -

Der Einfluß von Härtungstemperatur und Härtungszeit bei Verwendung des Katalysatorsystems (CHF) 1-Hydroxycyclohydroperoxyd-1/Kobaltnaphtholat auf die Eigenschaften des fertigen unverstärkten und verstärkten Werkstoffes gegenüber dem System Benzoylperoxyd (PI)/Dimethylanilin ist unterschiedlich und teilweise andersgeartet. Die Bruchfestigkeit zeigt bei der Kalt- und Warmhärtung keine Unterschiede (Abb. 10 und 12). Beim Elastizitätsmodul ist eine Tendenz zu höheren Werten bei höheren Härtungstemperaturen, bei der Wärmeformbeständigkeit ein ausgeprägtes Ansteigen vorhanden. Sie kann durch Nachhärtung verbessert werden, und sie ist dem Peroxyd/Dimethylanilin-System gegenüber höher. Die Härtungszeit hat nur auf die Wärmeformbeständigkeit einen erheblichen Einfluß. Bei den glasfaserverstärkten Polyesterharzen verschwindet der Einfluß der Temperatur und der Zeit fast vollständig. Kalt bei 20° C gehärtete Platten ergeben die gleichen Werte wie bei einer Aushärtung bei 100° C, und es scheint, daß bei dieser Temperatur ein recht weitgehend ausgehärteter Werkstoff vorliegt. Beim Vergleich von Abb. 11 mit Abb. 12 erkennt man, daß bei der Tieftemperaturhärtung bessere Ergebnisse mit dem Katalysatorsystem Anonperoxyd/Kobaltnaphtholat erzielt werden. Der Unterschied verschwindet mit steigender Härtungstemperatur und bei 100°, wo nur noch die entsprechenden Katalysatoren allein ohne Beschleuniger verwendet werden, sind die Werte praktisch einander gleich. Die Abb. 13 zeigt den Härtungsverlauf als eine Funktion durch Messung des spezifischen Gewichts, wobei sich ein konstantes Maximum nach einer Härtungsdauer von einigen Tagen einstellt. Eine weitere Möglichkeit, den Härtungsvorgang zu verfolgen, ist durch die Messung des dielektrischen Verlustfaktors $\tan \delta$ gegeben. Abb. 14 zeigt den Einfluß der Nachhärtung bei 70° C auf den dielektrischen Verlustfaktor.

Aus den Untersuchungen von Berndtsson und Turunen können folgende Schlußfolgerungen gezogen werden:

Benzoylperoxyd ist nur für die Hochtemperaturhärtung brauchbar, und auch das Katalysatorsystem Benzoylperoxyd/Dimethylanilin eignet sich ohne Nachhärtung nicht für die Aushärtung bei niederen Temperaturen. Das Katalysatorsystem 1-Hydroxycyclohexylhydroperoxyd-1/Kobaltnaphtholat

- 13 -

60:65.57/1-19 (4).

POOR ORIGINAL

- 13 -

dagegen ist ein brauchbarer Tieftemperaturkatalysator, = System und es werden mit ihm sowohl unverstärkte als auch glasfaser-verstärkte ausgehärtete Werkstoffe erhalten, deren Eigenschaften an die Produkte heranreichen, die bei hohen Härtungstemperaturen erzielbar sind.

Elastische Polyestertypen werden bevorzugt zum Umgießen von Spulen und anderen stromführenden Teilen sowie zum Einbetten elektrischer Schaltungen usw. verwendet.

Elastische Typen mit geringer Wärmetönung werden hergestellt durch Einbau gesättigter Dicarbonsäuren, langkettiger Glykole oder Polyglykole und durch Kombination von sehr reaktiven, viel Doppelbindungen enthaltenden ungesättigten Polyestern mit großer Wärmetönung mit sehr elastischen, weniger reaktiven Typen. Abb. 15 veranschaulicht den exothermen Temperaturverlauf bei der Härtung einer spröden, harten und einer elastischen biomonomeren Polyesterharztype und deren Gemisch (6). Durch die Kombination flexibler mit harten Typen ist eine Anpassung an gegebene Verhältnisse oder zur Erzielung spezieller, gewünschter Eigenschaften in weiten Grenzen möglich. Abb. 15 zeigt die Veränderungen durch Beimischung eines elastischen Typs zum spröden Harz, die es erlaubt, den E-Modul und damit die Dehnung zu verändern. Da fast alle Harztypen beliebig mischbar sind, kann jede Abstufung vom plastischen, flexiblen bis zum harten, spröden Typ hergestellt werden; dabei ist besonders darauf hinzuweisen, daß sich die elektrischen Eigenschaften von elastischen und harten Typen nicht wesentlich unterscheiden, während E-Modul, Härte, Zugfestigkeit, Korrosionsbeständigkeit, Wärmebeständigkeit, Schrumpfung und Neigung zur Rißbildung mit abnehmender Plastizität steigen, jedoch die Schlagzähigkeit absinkt.

Leichtes Fließen und gutes Vergießen sowie die elektrischen Eigenschaften sind abhängig vom Mischungsverhältnis des ungesättigten Polyesters mit der monomeren Vinyl- oder Allylkomponente. So werden mit bis zu 50 Gewichtsprozent Styrol die elektrischen Eigenschaften, die Wärmebeständigkeit und die Gießbarkeit durch Erniedrigung der Viskosität verbessert, wie es die Abb. 16 und 17 verdeutlichen (7).

- 14 -

POOR ORIGINAL

- 14 -

Im Laboratorium für Kunststoffe (LfK) werden kleintechnisch im 20-kg-Paßstab zwei niedrigviskose, leicht vergießbare, elastische Harztypen hergestellt, die auch für die Einbettung von Spulen, elektrischen Schaltungen usw. geeignet sind. In Äquimolekularen Mengen werden 26,5 kg Diäthylenglykol mit 24,5 kg Maleinsäureanhydrid bei Temperaturen zwischen 150 bis 200° in einer 50 ltr. Nickelblase kondensiert. Die Kondensation ist nach 3 bis 4 Stunden beendet. Als Treibgas wird sauerstofffreier Stickstoff verwendet. Bei einer Kondensationsdauer von ungefähr 3 bis 4 Stunden werden ca. 3900 cm³ Wasser abgespalten. Der ungesättigte Polyester hat eine Säurezahl von ungefähr 50 bis 60 und somit ein Molekulargewicht von ungefähr 1044. Der Ester besitzt eine Viskosität von 273750 cP, während die Polyester-Styrol-Mischung eine Viskosität von 440,6 cP hat. Die Aushärtung mit Styrol erfolgt im Verhältnis 70 zu 30. Für die Kalttärtung werden 3 % einer 50 %igen Katalysatorlösung verwendet, die aus einer 50 %igen Lösung Anonperoxyd (1-Hydroxycyclohexylhydroperoxyd-1) in Dibutylphthalat besteht. Als Beschleuniger werden 1/2 bis 1 1/2 % einer 10 %igen Kobalt-naphthenatlösung hinzugefügt. Die mechanischen und thermischen Werte werden durch eine mehrstündige Nachhärtung bei 70 bis 90° verbessert. Durch Zusatz von 0,01 % Hydrochinon zum ungesättigten Polyester als Inhibitor wird eine Lagerbeständigkeit von mindestens einem Jahr und bei der Ester-Styrol-Mischung eine Lagerbeständigkeit von mindestens drei Monaten erreicht.

Ein Harztyp mit ausgezeichneter Elastizität und Dehnung, verbunden mit noch ausreichenden mechanischen Werten, die sich nicht nur zum Umgießen von Spulen usw. eignet, sondern auch für die Einbettung biologischer Objekte eingesetzt wird, wird hergestellt. Durch Umsatz von Äquimolekularen Mengen Hexandiol und Maleinsäureanhydrid in einer 50 ltr. großen Nickelblase.

29,5 kg Hexandiol und 24,5 kg Maleinsäureanhydrid werden in 3 bis 4 Stunden bei Temperaturen zwischen 130 bis 180° kondensiert. Bei der Kondensationsdauer von 3 bis 4 Stunden werden ca. 3450 cm³ Wasser abgespalten. Der ungesättigte Polyester hat eine Säurezahl von ungefähr 40 bis 50 und somit ein Molekulargewicht von

- 15 -

Go:65.57/1-19 (4)

POOR ORIGINAL

- 15 -

ungefähr 1228. Der Ester besitzt eine Viskosität von 20530 cP und die Ester-Styrol-Mischung hat eine Viskosität von 328,5 bzw. 24,1 cP. Als Kondensationskatalysator werden 1/10 % p-Toluolsulfosäure hinzugegeben. Diese Type ist mit Styrol in jedem Verhältnis mischbar. Die Vernetzung mit Styrol kann im Verhältnis 70 zu 30 oder 60 zu 40 erfolgen. Für die Kalthärtung werden ebenfalls 3 % einer 50 %igen Lösung von Anonperoxyd in Dibutylphthalat unter Zusatz von 1/2 bis 1 1/2 % einer 10 %igen Kobaltnaphthenatlösung verwendet. Die Aushärtungszeit beträgt ungefähr 30 Minuten. Durch mehrstündige Nachhärtung bei 70 bis 80° werden die mechanischen und thermischen Eigenschaften verbessert.

Die Heißhärtung erfolgt mit 3 % einer 50 %igen Lösung von Benzoylperoxyd in Dibutylphthalat und 0,05 bis 0,2 % einer 5 %igen Lösung von Dimethylanilin in Styrol. Die Aushärtung erfolgt bei 80° in ungefähr 30 Minuten. Eine mehrstündige Nachhärtung verbessert die mechanischen und thermischen Werte ebenfalls.

Diese beiden Polyestertypen sind miteinander und mit polymeren Estern mischbar, die neben Maleinsäure noch Adipinsäure oder Phthalsäure im Molekül enthalten, so daß es möglich ist, die Eigenschaften in weiten Grenzen zu variieren und den Forderungen der Verarbeiter weitgehend anzupassen.

Darauf hinzuweisen sei noch, daß durch die Modifizierung ungesättigter und gesättigter Polyester mit Epoxydharzen ein besonders elastisches Material erhalten wird, welches gut vergießbar ist und sich zum Umgießen oder Einbetten von Spulenkörpern, zum Imprägnieren von Kondensatoren, zur Herstellung von Kabelverbindungen und Kabelendverschlüssen u. ä. geeignet.

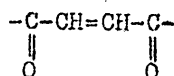
- 16 -

60:65.57/1-19 (4)

POOR ORIGINAL

- 16 -

Von J. Voigt wurde die Absorption kurzwelliger Lichtstrahlung durch die polymeren ungesättigten Ester und die ungesättigten Polyesterharze untersucht (8). Die Durchlässigkeitskurven für 0,15 mm dicke Schichten von linearen Maleinsäure-Äthylenglykol-Polykondensaten (Bild 18, erste und zweite Kurve) zeigen einen monotonen Verlauf, dessen charakteristisches Merkmal ein ausgeprägter Abfall der Durchlässigkeit zwischen 300 und 320 m/μ ist. Ein Einfluß des Molekulargewichts auf den Verlauf der Durchlässigkeitskurve konnte nicht festgestellt werden. Es ist die Vermutung naheliegend, daß der Maleinsäure-Chromophor



praktisch ganz allein das Absorptionsverhalten bestimmt. Dies wird bestätigt durch die Ähnlichkeit der Durchlässigkeitskurven mit der von wässriger Maleinsäure-Lösung. Enthält die absorbierende Schicht einer solchen Maleinsäurelösung ebenso viele Maleinsäurereste pro Querschnittseinheit wie die durchstrahlten Polyesterproben, so erhält man eine weitgehend identische Kurve (Bild 18, dritte Kurve). Modifizierung der linearen Polykondensate mit anderen zweibasischen Säuren verschiebt die charakteristische Lage der Durchlässigkeitsgrenze nur wenig. In Bild 19 ist das Absorptionsverhalten solcher Polyester dargestellt, deren Kette zu 50 % andersartige Säuren neben Maleinsäure enthält. Mit Adipinsäure (Bild 19, erste Kurve a) wird die Durchlässigkeitsgrenze sehr wenig nach kleineren, mit Phthalsäure (Bild 19, erste Kurve b) nach größeren Wellenlängen zu verschoben. Von besonderem technischen Interesse ist die Lichtdurchlässigkeit von styrolvernetzten Harzen. Die entsprechenden Kurven von Produkten aus Diäthylenglykol-Maleinsäure-o-Phthalsäure-Polyester und aus Äthylenglykol-Maleinsäure-Adipinsäure-Polyester (Bild 19, zweite und dritte Kurve), aufgenommen mit Folien von 0,5 mm Dicke, zeigen einen ähnlichen Durchlässigkeitsabfall bis zu völliger Absorption unterhalb 300 m/μ. Eine auch in höheren

- 17 -

7 im LFK

60:65.57/1-19 (4)

POOR ORIGINAL

- 17 -

Wellenlängenbereichen noch vorliegende stärkere Absorption der styrolvernetzten Harze dürfte im wesentlichen auf eine auch von anderen Bearbeitern an Polystyrol beobachtete Verunreinigung bzw. ein Zersetzungsprodukt von Styrol zurückzuführen sein.

Die angestellten Durchlässigkeitsuntersuchungen sind nicht nur von Bedeutung für die Bewertung von Polyesterplatten als transparentes Material, sondern erlauben auch Rückschlüsse auf die photochemische Veränderung von Polyestern. Auf Grund der UV-Durchlässigkeit ist anzunehmen, daß Licht der Wellenlänge $\lambda < 340 \text{ m}\mu$ photochemische Veränderungen bei linearen Maleinsäureestern verursachen kann. Da im Sonnenlicht Wellenlängen bis herab zu $290 \text{ m}\mu$ enthalten sind, kann eine Einwirkung der Sonnenstrahlung zur Auslösung der verschiedentlich beobachteten Photoreaktionen an linearen ungesättigten Polyestern führen. Der Angriffspunkt für die Abbauwirkung des Lichtes ist der Maleinsäurerest. Der Primärschritt erfolgt sicherlich in einer Anregung der -C=C- Doppelbindung, die durch die Konjugation mit den CO-Gruppen bereits stark aktiviert ist. Vom angeregten Zustand ausgehend ist dann eine oxydative Aufspaltung bzw. eine Polymerisation der Doppelbindung möglich, wie sie unter der katalytischen Mitwirkung von Luftsauerstoff auch vor längerer Zeit schon beobachtet wurde. Die photochemischen Reaktionen an ausgehärteten Polyesterharzen dürften auf ähnlicher Grundlage beruhen, da ja nur ein Teil der reaktionsfähigen Doppelbindungen bei der Vernetzung erfaßt wird. Eine Bestätigung dieser Annahme bildet die von amerikanischen Autoren kürzlich berichtete Messung der photochemischen Vergilbung von Polyesterharzen, welche erst bei Verwendung von Licht mit $\lambda < 330 \text{ m}\mu$ wirksam wird. Dies entspricht etwa dem von uns beobachteten Beginn des Abfalls der Durchlässigkeitskurve.

Von technischem und wissenschaftlichem Interesse ist die Kenntnis des Doppelbindungsgehaltes der linearen Polyesterharze, da ja

- 18 -

60:65.57/1-19 (4)

POOR ORIGINAL

- 18 -

die unvernetzten Produkte bei der Herstellung und Lagerung verschiedenen Alterungsprozessen unterliegen, welche regelmäßig die Doppelbindungen als die chemisch aktivsten Strukturbestandteile angreifen. Es ist ferner von Wichtigkeit zu wissen, in welchem Ausmaß die zur Polykondensation eingesetzte Maleinsäure bei dem Polykondensationsprozeß in die Fumarsäure-Konfiguration umgewandelt wird, da neuerdings verschiedentlich die Annahme vertreten wird, daß nur die Fumarsäurereste zur Copolymerisation mit dem Vernetzungsmittel befähigt sind. Von J. Voigt wurde ein Verfahren ausgearbeitet ⁽⁹⁾, welches auf der Grundlage der wässrig-alkalischen Verseifung des Polyesters und nachfolgender polarographischer Analyse des Hydrolysats eine rasche und bequeme Bestimmung von Art und Menge der im Polyester vorliegenden Doppelbindungen gestattet. Das Verfahren benutzt die bereits vor etwa 10 Jahren von P. J. Elving und Mitarbeitern ⁽¹⁰⁾ genauer untersuchte polarographische Bestimmbarkeit von Malein- und Fumarsäure nebeneinander in alkalischer Lösung und kombiniert diese Methodik mit einer geeigneten Polyesterverseifung, welche die tatsächliche Zusammensetzung im Polykondensat nicht durch Sekundärreaktionen verfälscht. Das Verfahren erlaubt eine Bestimmung des Doppelbindungsgehaltes mit einer Genauigkeit von schlechtestenfalls $\pm 3\%$ und hat den Vorteil, auch die Doppelbindungen in den gelartigen, unlöslichen Vernetzungsprodukten der ungesättigten linearen Polyester mit zu erfassen. Die Anwendung dieser analytischen Methode auf einige in unserem Laboratorium hergestellte Polyester ergab im Falle von Polykondensaten aus Maleinsäure und Äthylenglykol eine zunehmende Isomerisierung der eingesetzten Maleinsäure zu Fumarsäure mit der Kondensationsdauer, d.h. mit dem schließlich erreichten Molekulargewicht. Das Ausmaß der Isomerisierung hängt aber in ganz bemerkenswerter Weise von der Natur der Glykolkomponente ab, ebenso wie auch die Doppelbindungszerstörung durch Selbstvernetzung während der Polykondensation. Übergang zu länger-kettigen Glykolverbindungen (Hexandiol) als Kondensationskomponente setzt sowohl das Ausmaß der Isomerisierung, wie auch der Selbstvernetzung herab.

60:65.57/1-19 (4)

POOR ORIGINAL

- 19 -

Literaturverzeichnis

- (1) Th. F. Bradley, E. L. Kropa und W. B. Johnston
Ind. Engng. Chem. Bd. 29 (1937) S. 1270/1276
- (2) Chem. Engng. News Bd. 33 (1955) S. 1374
- (3) P. Kobitschek und C. Th. Bean (Hooker Electrochemical Co.,
Niagara, N.Y.)
Ind. Engng. Chem. Bd. 46 (1954) S. 1628/1632
- (4) P. M. Elliot
Mod. Plastics Bd. 29 (Juli 1952) S. 113/114 und 185/187
sowie
H. M. Day und D. G. Patterson
Mod. Plastics Bd. 29 (Juli 1952) S. 116/122
- (5) E. Berndtsson und L. Turunen
Kunststoffe Bd. 44 (1954) S. 434/438
sowie
Kunststoffe Bd. 46 (1956) 9/14
- (6) A. Müller
Kunststoffe Bd. 44 (1954) S. 578/581
- (7) S. B. Parkyn
Kunststoffe Bd. 44 (1954) S. 439
- (8) J. Voigt
Plaste und Kautschuk Bd. 2 (1955) S. 200
- (9) J. Voigt
Plaste und Kautschuk Bd. 4 (1957) S. 3-6
- (10) B. Warshowsky, P. J. Elving, J. Mandel
Analyt. Chemistry Bd. 19 (1947) S. 161
- (11) R. T. Dean und J. P. Manasia
Mod. Plastics Bd. 32 (Februar 1955) S. 131

POOR ORIGINAL

50X1-HUM

17 (2)

Entwicklungsstand auf dem Silikongebiet in der DDR.

1. Allgemeines über Silikone.

S i l i k o n e sind hochpolymere Stoffe, deren chemischer Aufbau teils organischer teils anorganischer Natur ist. Die über Sauerstoffatome verketteten oder vernetzten Siliziumatome bestimmen maßgebend die Eigenschaften der Silikone. Daneben spielt aber auch die Anzahl und die Art der organischen "Substituenten" (wie man die neben dem Sauerstoff mit den Siliziumatomen verbundenen anderen Atome oder Atomgruppen bezeichnet) eine bedeutende Rolle.

Während die thermische Beständigkeit der reinen Kohlenstoffverbindungen (und auch der von ihnen abgeleiteten Kunststoffe) von der Festigkeit der C-C-Bindung und der Umsetzungsbereitschaft der Kohlenstoffatome mit dem Luftsauerstoff abhängt, bestimmt der beträchtliche Zusammenhalt der Si-O-Bindung das in dieser Beziehung wesentlich günstigere Verhalten der Silikone. - Der organische Anteil der Silikone verursacht jedoch ihre wasserabweisende Wirkung. - Diese beiden Eigenschaften (thermische Beständigkeit und wasserabstoßende Wirkung) sind für die Anwendung auf dem Gebiete der Elektrotechnik von außerordentlicher Bedeutung.

Die Herstellung der Silikone erfolgt heute im allgemeinen über die organischen Siliziumhalogenide. Man stellt diese heute entweder nach dem Grignard-Verfahren oder nach der Müller-Röchow-Synthese her. Beide Verfahren werden in der DDR großtechnisch durchgeführt.

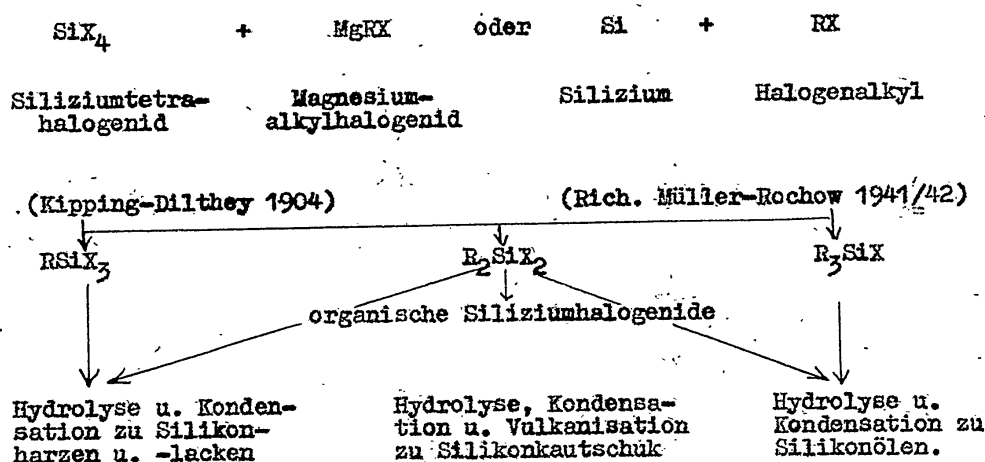
Durch geeignete Kombination der organischen Siliziumhalogenide (meist Siliziumchloride) gelangt man zu Silikonharzen.

50X1-HUM

POOR ORIGINAL

- 2 -

Silikonölen oder Silikonkautschuk, wie das im folgenden Schema zum Ausdruck kommt.



X = Halogen (Cl, Br)

R = Organische Gruppe (CH_3 -, C_2H_5 -, C_6H_5 - usw.)

2. Silikonharze, Silikonlacke.

2.1. Eigenschaften.

Die harzigen Silikone bestehen aus mehr oder weniger kompliziert aufgebauten dreidimensionalen Netzwerken. Sie sind als solche im allgemeinen nur begrenzt lagerfähig und werden deshalb als 50-60 %ige Lacke, d.h. in einem geeigneten organischen Lösungsmittel gelöst in den Handel gebracht. Als Lösungsmittel kommen vor allem Toluol, Benzol, Benzine, Trichloräthylen u. dgl. in Frage.

- 3 -

POOR ORIGINAL

- 3 -

Wie für sämtliche Silikone ist auch für die Silikonharze die Art der organischen Substituenten von besonderer Bedeutung. Sowohl in Hinblick auf die Wärmebeständigkeit als auch die elektrischen Eigenschaften stehen heute Methyl- und Methylphenylsilikonharze im Vordergrund. Sie werden vor allem auf dem Gebiet der Elektrotechnik sowohl als Tränkmittel als auch als Bindemittel für die Herstellung hochwertiger Isolierstoffe eingesetzt.

Da die Phenylgruppen eine gewisse Weichmachereigenschaft besitzen, sind Methylphenylsilikonharze besonders elastisch. Sie haben aber gegenüber den reinen Methylsilikonharzen den Nachteil daß sie beim Über- oder Durchschlag elektrischer Funken zur Kohlenstoffabscheidung Anlaß geben, wodurch Kriechwegbildung verursacht werden kann. In dieser Beziehung verhalten sich reine Methylsilikonharze günstiger, da sie nicht hierzu neigen.

Die Wärmebeständigkeit der Silikonharze und der daraus hergestellten Isolierstoffe ist bis etwa 180°C gegeben. Diese Grenztemperatur entspricht der Isolierstoffklasse H. Kurzzeitige Überlastungen bis 300°C sind möglich, ohne daß die Isolationswerte vermindert werden.

Sämtliche Silikonharze müssen eingebrannt werden und zum Einbrennen wendet man am besten Temperaturen zwischen 220 und 350°C an. Die Einbrenntemperatur sollte stets höher liegen als die maximale Betriebstemperatur.

In der DDR werden z.Zt. die Silikonlacksorten L 150, L 152 und L 565 großtechnisch, und zwar im VEB Chemiewerk Nürnberg, hergestellt. Die beiden zuerst genannten Sorten sind 60 %ige toluolische Methylphenylsilikonharzlösungen, und die Methylphenylsilikonharze werden nach einem Verfahren hergestellt bei dem die direkte und die Grignard-Synthese miteinander verknüpft sind. Es bestehen gewisse Aussichten, das Verfahren in den nächsten Jahren vereinfachen zu können und dann zu durch Mischkondensation hergestellten Sorten überzugehen, unter

- 4 -

POOR ORIGINAL

- 4 -

gleichzeitiger Beibehaltung der vorliegenden guten Qualität.

Während der Lack L 150 ein sprödes Methylphenylsilikonharz enthält, welches vor allem als Bindemittel zur Herstellung von Glasfaser- oder Glimmer-Schichtpreßstoffen geeignet ist, liefert der Lack L 152 elastische Schichten und ist daher als Tränkmittel für wärmebeständiges Gewebematerial sowie für Wicklungen von Transformatoren-, Schaltgeräten und elektrischen Maschinen geeignet.

Im Gegensatz zu den beiden eben genannten Lacksorten stellt der Lack L 565 die 60 %ige toluolische Lösung eines reinen Methylsilikonharzes dar. Da dieses Harz verhältnismäßig spröde ist, eignet es sich vor allem zur Herstellung von Schichtpreßstoffen, aber weniger als Tränkmittel.

Die Verarbeitung der Lacke L 150, L 152 und L 565 zu Silikonisolierstoffen für den Elektromaschinenbau erfolgt im VEB Lokomotivbau-Elektrotechnische Werke "Hans Beimler", Hennigsdorf. Die Technologie wurde in diesem Werk in Zusammenarbeit mit dem Institut für Silikon- und Fluorkarbonchemie Radebeul und dem VEB Chemiewerk Nünchritz erarbeitet.

Die verhältnismäßig hohe Einbrenntemperatur bzw. lange Einbrennzeit für die Silikonharze und die Lösungsmittel- und damit Tränklackempfindlichkeit der ausgehärteten Schichten hat dazu geführt, die reinen Silikonharze durch Kombinationen mit anderen organischen Harzen zu ersetzen. Allerdings nimmt die thermische Beständigkeit durch die Einführung organischer Komponenten etwas ab, und die Bedingungen am Einsatzort müssen entscheiden, ob die Anwendung von Kombinationsharzen sinnvoll ist oder nicht. Als Partner, vor allem für die Methylphenylsilikone eignen sich in erster Linie Alkydharze, aber auch Phenolharze, Harnstoff-Formaldehydharze und Polyurethane. - Es sei erwähnt, daß mit Silikonkombinationsharzen die Drahtemallierung gelungen ist, die bei Anwendung der reinen Silikonharze auf außerordentlich große Schwierigkeiten stößt.

- 5 -

POOR ORIGINAL

14.57

- 5 -

In der DDR werden Silikon-Kombinationslacke noch nicht großtechnisch hergestellt. Es besteht jedoch die Absicht, in Kürze die Produktion der auf einer Kombination eines Methylphenylsilikonharzes mit einem Alkydharz beruhenden Sorte L 5088, die schon versuchsbetriebsmäßig hergestellt werden konnte, aufzunehmen. Diese Lacksorte eignet sich besonders zur Imprägnierung von Glasfasergeweben und als Tränklack. Ihre Wärmebeständigkeit reicht für die Isolierstoffklassen B und F aus. Auch konnten Versuchslackdrähte mit dieser Sorte hergestellt werden.

2.2. Verarbeitung.

Wie schon erwähnt, kommen die Silikonharze als 50 bis 60 %ige Lösungen in den Handel. Diese Silikonlacke können nach dem Spritz-, Tauch- oder Streichverfahren verarbeitet werden, wobei u.U. durch Verdünnen die erwünschte Konsistenz eingestellt werden kann. Im Anlieferungszustand beträgt die Viskosität je nach der Sorte 10 bis 400 cSt (bei 20°C).

Für elektrotechnische Zwecke verwendet man die Silikonlacke als sog. "Klarlacke". Ihre Farbe ist gelb bis bräunlich, je nach der chemischen Zusammensetzung, und die reinen Methylsilikonlacke sind besonders hell gefärbt.

Sehr wichtig und für die elektrischen Eigenschaften der Harzschichten von ausschlaggebender Bedeutung ist der Einbrennprozeß. Die Höhe der Einbrenntemperatur und die Länge der Einbrennzeit müssen aufeinander abgestimmt werden und richten sich nach der vorliegenden Sorte. Für die elastischen Lacksorten kann das Einbrennen beispielsweise in 4 bis 16 Stunden bei 250° erfolgen. Gelegentlich ist dadurch aber eine festlose Aushärtung noch nicht zu erreichen und man kann hierauf u.U. auch

- 6 -

POOR ORIGINAL

- 6 -

verzichten, indem man sie der späteren Wärmebeanspruchung der Harzschicht überläßt.

Vor dem eigentlichen Einbrennen, d.h. Härten der Silikonlackschichten muß man dafür Sorge tragen, daß das Lösungsmittel bei einer dessen Siedepunkt angepaßten Temperatur vertrieben wird, da sonst Blasenbildung befürchtet werden muß. Es ist deshalb ratsam, eine Vorerhitzung auf 100 bis 120° vorzunehmen, wozu bei toluolischen Lösungen eine Stunde ausreicht.

Für die Verarbeitung ist die Kenntnis des Einbrennverhaltens von großer Wichtigkeit. Als Schnellprüfmethode hat sich im Herstellerwerk und auch bei den Anwendern die Bestimmung der Einbrennzeit bei 250° und 400° bewährt. Man bringt hierzu einen 15 bis 30 µ starken Lackauftrag auf einen Jenaer Geräteglasstreifen oder ein Tiefziehblech auf und bestimmt die Zeit, die notwendig ist, um die ursprünglich klebrige Lackschicht zu härten. Die Härteprüfung erfolgt am besten durch Aufsetzen eines durch ein Gewicht von 3 kg belastetes Gummiplättchen mit 1 cm² Fläche unter Zwischenlegen eines Filterpapierstreifens zwischen Lackschicht und Plättchen. Klebfreiheit ist dann erreicht, wenn durch die Druckbelastung keine Zeichen der Papierfaserstruktur mehr entstehen. Erfolgt die Beurteilung der Klebfreiheit bei Raumtemperatur, so erhält man die Einbrennzeit, erfolgt sie bei 180° bzw. 250°, so erhält man die Aushärtezeit. Einbrennzeit und Aushärtezeit unterscheiden sich im allgemeinen erheblich, wobei das sich ergebende Vielfache von der Lacksorte abhängig ist.

Neben der Einbrenn- und Aushärtezeit sind noch die Backzeit, die Ritzhärte und der sog. Einbrennverlust ebenfalls wichtige Kennwerte für die Beurteilung der Lackqualität.

- 7 -

POOR ORIGINAL

- 7 -

2.3. Anwendungen auf dem Gebiet der Elektrotechnik.

Es ist schon kurz erwähnt worden, daß sowohl Methyl- als auch Methylphenylsilikonlacksorten zur Herstellung wärmebeständiger Isolierstoffe verwendet werden. Als Füllstoffe zur Herstellung von Schichtpreßstoffen und Preßteilen dienen nicht nur Glasfasern und daraus hergestellte Gewebe, sondern auch Asbest- und Glimmermaterialien.

Unter Verwendung der genannten Lacke L 150, L 152 und L 565 (versuchsweise auch L 5088) werden Isolierbänder, Isolierstoffgewebe, Isolierschläuche, Platten, Nutenkästen und Nutenverschlußkeile für den Elektromaschinenbau usw. hergestellt, die beispielsweise unter der Bezeichnung "Glasil", "Aspasil", "Asfasil", "Micasil", "Novomikanit" vom VEB LEW Hennigsdorf bezogen werden können.

Methylphenylsilikonlacke (z.B. Sorte L 152) eignen sich ferner zur Imprägnierung von mit Glasseide umspinnenen Dynamo-drähten, die vom VEB Leitungswerk Plauen seit mehreren Jahren in größerem Umfang hergestellt werden. Diese Drähte werden vor allem als wärmebeständige Wickeldrähte für elektrische Maschinen und Schaltgeräte sowie für Mittelfrequenz-Induktionsheizungen und für Thermoelemente (z.B. im Feuerungsbau) verwendet. Anstelle der Glasseidenumsponnung kann für Dynamodrähte auch Asbestumkleidung verwendet werden, sofern auch dann noch der Isolationsauftrag in einem wirtschaftlichen Verhältnis zum Leiterdurchmesser steht.

Als Tränkmittel für die Wicklungen elektrischer Maschinen eignen sich nur elastische Silikonharze, und man verwendet daher hierfür Methylphenylsilikonlacke, wie z.B. die Sorte L 152, die man in mehreren Schichten aufträgt. Um eine gute Isolierwirkung zu erhalten, muß man mindestens dreimal (besser noch öfters) tränken und jede Schicht für sich einbrennen.

- 8 -

POOR ORIGINAL

- 8 -

Obwohl die Silikonharzschichten nur sehr wenig "altern", bilden sich im Falle einer laufenden Beanspruchung bei höherer Temperatur (z.B. 180°C) mit der Zeit feine Haarrisse, die die elektrischen Eigenschaften allmählich verschlechtern. Das ist auch der Grund, warum sich Silikonharzisolationen beispielsweise nicht für Unterwassermotoren eignen.

Es ist naheliegend, daß man versucht hat, die an sich extrem hohen Einbrenntemperaturen bzw. die sehr langen Einbrennzeiten durch die Anwendung von Katalysatoren herabzusetzen. Beim Einsatz der Silikonlacke als Anstrichmittel hat man in dieser Beziehung auch Erfolge erzielt. Vor allem haben sich u.a. Blei-, Eisen-, Kobalt- und Zinknaphthenate und -kaprylate, sowohl als auch organische Amine und organische Peroxyde bewährt. Für elektrotechnische Zwecke hat sich die Anwendung von Härtebeschleunigern vorläufig noch nicht durchsetzen können, weil man feststellte, daß durch ihre Anwendung die elektrischen Daten im allgemeinen gemindert werden.

3. Silikonöle, Silikonfette.

3.1. Eigenschaften der Silikonöle.

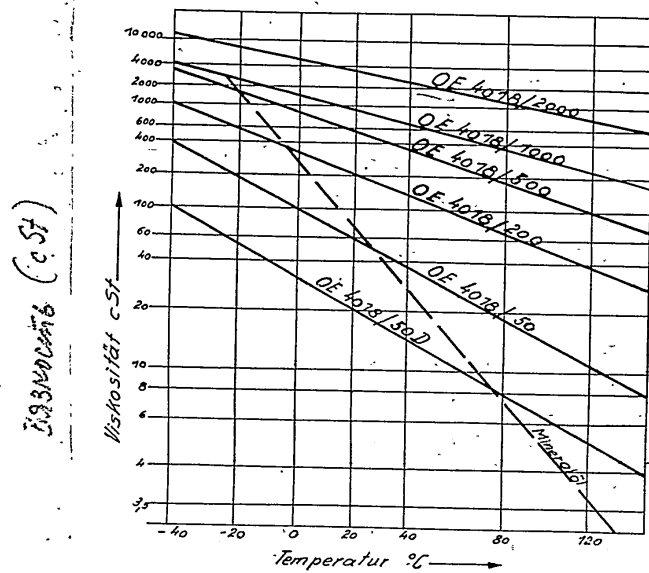
Die größte technische Bedeutung haben heutzutage die M e t h y l s i l i k o n ö l e , die sich in nahezu beliebiger Viskosität herstellen lassen. Sie sind farblose, geruch- und geschmacklose Flüssigkeiten, die weder auf Metalle noch Kunststoffe oder Gummi zerstörend einwirken und die durch einige weitere vorteilhafte Eigenschaften die Aufmerksamkeit der Techniker erweckt haben. Diese Öle besitzen nämlich, neben einer hohen Alterungsbeständigkeit eine geringe Abhängigkeit

- 9 -

POOR ORIGINAL

Зависимость вязкости силиконовых
масел от температуры (по Уббелюде)

Viskosität-Temperaturabhängigkeit von Silikonölen
(nach Ubbelohde)



температурное
масло

температура (°C)

POOR ORIGINAL

- 9 -

der Zähigkeit von der Temperatur, niedrige Stockpunkte, hohe Flammpunkte und eine von Viskosität, Temperatur und Frequenz weitgehend unabhängige Dielektrizitätskonstante. Das nachstehende Diagramm und Tafel 1 zeigen diese geringe Temperaturabhängigkeit der Zähigkeit im Vergleich zu der von Mineralölen.

POOR ORIGINAL

- 10 -

Tafel 1

Temperatur (°C)	Zähigkeit in cSt	
	Silikonöl	Mineralöl
98,9	40	10,8
37,8	100	100
-17,8	350	11 000
-37,2	660	23 000
-56,7	1 560	-

Der Stockpunkt der Methylsilikonöle liegt für nicht allzu große Zähigkeiten unter oder bei -60°C und der Flammpunkt für Öle über 100 cSt (bei 20°C) über 300°C . Aus dem sehr hoch liegenden Flammpunkt ergibt sich, daß der Dampfdruck bei Zimmertemperatur sehr klein ist.

Die Wärmebeständigkeit der Methylsilikonöle ist in Gegenwart von Luftsauerstoff bis etwa 180°C gegeben. Oberhalb dieser Temperatur tritt eine allmähliche Oxydation der Methylgruppen ein, die schließlich zur Gelbildung führt. Sorgt man für Ausschluß von Sauerstoff, so besteht die Gefahr des Eindickens erst bei Temperaturen, die etwa 100° höher liegen.

Die Methylsilikonöle besitzen eine sehr niedrige Oberflächenspannung, und zwar findet man Werte, die bei 20° zwischen 18 und 20 dyn/cm liegen. Mit der niedrigen Oberflächenspannung hängen u.a. das sehr ausgeprägte Kriechvermögen und die entschäumende Wirkung zusammen.

- 11 -

POOR ORIGINAL

- 11 -

Leider besitzen Methylsilikonöle nur bedingte Schmier-
eigenschaften und lassen sich daher nicht so ohne weiteres als
Schmierstoffe für tiefe und hohe Temperaturen einsetzen.

In der DDR werden unter Verwendung nach der direkten
Synthese gewonnener organischer Halogensilane Methylsilikonöle
(mit einer Zähigkeit von 20 bis ca. 1000 cSt) großtechnisch
im VEB Chemiewerk Nünchritz hergestellt und unter der Typenbe-
zeichnung OE 4018 in den Handel gebracht. Die Dielektrizitäts-
konstante bei 20° liegt bei 2,4 und für die Durchschlagsfestig-
keit kann ein Mittelwert von 190 kV/cm angegeben werden.

Neben den Methylsilikonölen spielen technisch noch
Methylphenylsilikonöle und Methyl-
hydrosilikonöle eine Rolle.

Methylphenylsilikonöle sind etwas wärmebeständiger als
Methylsilikonöle, weisen aber nicht die geringe Abhängigkeit
der Zähigkeit von der Temperatur auf. Je höher der Phenylanteil
ist, umso mehr ähneln sie in dieser Beziehung den Mineralölen,
mit denen sie übrigens - im Gegensatz zu den Methylsilikonölen -
mischbar sind. Methylphenylsilikonöle mit verhältnismäßig klei-
nem Phenylanteil sind auch besonders kältebeständig.

Bezüglich der Schmiereigenschaften unterscheiden sich
die Methylphenylsilikonöle von den Methylsilikonölen in günsti-
gem Sinne. Sie werden daher als Hoch- und Tieftemperaturschmier-
mittel mit Vorteil eingesetzt.

Methylphenylsilikonöle werden z.Zt. in der DDR noch nicht
großtechnisch hergestellt. Versuchsmuster dieser Öle mit ver-
schieden hohem Phenylgehalt wurden unter den Typenbezeichnungen
OE 4011 (hoher Phenylgehalt) und OE 4129 (mittlerer bzw. niedri-
ger Phenylgehalt) vom Institut für Silikon- und Fluorkarbon-
Chemie Radabau abgegeben. Mit der Produktion im VEB Chemiewerk
Nünchritz kann in einiger Zeit gerechnet werden. Da die Herstel-

- 12 -

POOR ORIGINAL

- 12 -

lung von Methylphenylsilikonölen nach dem Grignard-Verfahren erfolgen muß, liegt ihr Preis verhältnismäßig hoch.

Methylhydrosilikonöle zeichnen sich dadurch aus, daß sie durch verhältnismäßig milde thermische Behandlung in harzige Produkte umgewandelt werden können, wobei letztere vor allem auf voll- und halbsynthetischen Textilfasern einen hervorragenden Hydrophobierungseffekt zeigen. Die für die Anwendung auf dem Textilgebiet erwünschte leichte Zersetzlichkeit dieser Öle erfordert bei der Lagerung und Verarbeitung besondere Maßnahmen.

Auf Methylhydrosilikonölbasis aufgebaute Textilimprägniermittel werden z.Zt. in der DDR noch nicht großtechnisch hergestellt. Die Produktion des im Institut für Silikon- und Fluorcarbon-Chemie entwickelten Aquatex 4040 soll aber in nächster Zeit im VEB Chemiewerk Nünchritz aufgenommen werden.

3.2. Anwendung der Silikonöle.

Die Methylsilikonöle werden vor allem in den verschiedensten Industriezweigen als Hilfsstoffe eingesetzt. So verwendet man sie beispielsweise in großem Umfang als Entformungsmittel in der kunststoff- und gummi-verarbeitenden Industrie, ferner als Zusatzstoffe für Lacke zur Verbesserung der Qualität von Anstrichsystemen, als wasserabweisende Komponente in Polituren und Pflegemitteln, als Salbengrundlage in der Pharmazie, in der Kosmetik usw.

Daneben setzt man Methylsilikonöle als Brems-, Dämpfungs- und Hydraulikflüssigkeiten sowie als Treibmittel für Diffusionspumpen (Sorte OE 4018/50 D des VEB Chemiewerk Nünchritz) und gelegentlich auch als Badflüssigkeiten ein.

- 13 -

POOR ORIGINAL

- 13 -

Auf dem Gebiete der Elektrotechnik werden Methylsilikonöle - wohl vor allem wegen ihres heute noch verhältnismäßig hochliegenden Preises - zunächst nur selten eingesetzt. Man hat sie beispielsweise in der DDR als Einbettflüssigkeiten für Oszillographenschleifen^{und} zum Imprägnieren von Kondensatoren verwendet.

Für die Elektrotechnik ist noch von Bedeutung, daß Methylsilikonöle, obgleich sie stark wasserabstoßend wirken, doch eine geringe Menge Wasser aufnehmen können, die die dielektrischen Eigenschaften beeinflussen kann. Vor allem, wenn man diese Öle als Isolierflüssigkeiten in Gegenwart hoher Spannungen einsetzen will, muß man zuvor eine sorgfältige Trocknung vornehmen und dann dafür Sorge tragen, daß Feuchtigkeit nicht erneut hinzutreten kann.

Methylphenylsilikonöle werden vor allem als hitze- und kaltebeständige Schmiermittel, z.B. auch für elektrische Triebwerke, die bei sehr unterschiedlichen Temperaturen arbeiten müssen sowie in geringem Umfang auch als Badflüssigkeiten und als Treibmittel für Diffusionspumpen verwendet.

Methylhydrosilikonöle bzw. daraus hergestellte Präparate eignen sich zur wasser- und schmutzabweisenden Imprägnierung von Nylon-, Perlon-, Orlon-, Kunstseide-, Zellwoll- und Terylenfasern bzw. daraus hergestellten Geweben. Neben der wasserabstoßenden Wirkung wird gleichzeitig noch ein gewisser Knitterarmeffekt erzielt, der u.U. durch andere Kunststoffpräparate noch verbessert werden kann.

- 14 -

POOR ORIGINAL

- 14 -

3.3. Silikonfette.

Silikonfette sind im allgemeinen zweiphasige Mischsysteme, die aus einem geeigneten Silikonöl und einem nach dem Anwendungszweck ausgewählten und mit dem Öl verträglichen Verdickungsmittel bestehen. Die Eigenschaften und die Menge des Verdickungsmittels bestimmen weitgehend die Konsistenz und die Einsatzmöglichkeiten des fertigen Silikonfettes.

Enthält das Silikonfett ein Methylsilikonöl, so prägt dieses dem Fett weitgehend seine Eigenschaften auf, umso mehr, als praktisch nur kolloide Kieselsäure als Verdickungsmittel in Frage kommt.

In der DDR werden zwei Silikonfettsorten auf dieser Basis großtechnisch im VEB Chemiewerk Münchritz hergestellt. Die Sorte F 4203 ist von vaselineartiger Konsistenz und dem Aussehen nach transparent. Sie enthält die geringstmögliche Menge an Füllstoff und wird vor allem zur Vakuumdichtung und als Trennmittel bei der Herstellung von Polyamid-, Polyester- und Epoxydharzformlingen eingesetzt. Auf elektrotechnischem Gebiet hat man übrigens mit Kieselgel gefüllte Silikonfette zur Verbesserung von Zündsystemen (u.a. bei Außenbordmotoren) erfolgreich eingesetzt. - Die unter Verwendung eines nicht so feinteiligen Kieselsäurepräparates hergestellte Sorte F 4204 wird vornehmlich als Isolierpaste benötigt (z.B. zur Einbettung von Tonabnehmer-Systemen).

Die mit Kieselsäure gefüllten Silikonfettsorten sind stark thixotrop und besitzen keine besonderen Schmiereigenschaften.

Um zu Hoch- und Tieftemperaturschmierfetten zu gelangen, geht man von Methylphenylsilikonölen aus und dickt diese z.B. mit einer geeigneten Seife (wie Lithiumstearat) oder mit Ruß

- 15 -

POOR ORIGINAL

- 15 -

ein. Neuerdings verwendet man auch Molybdändisulfid als Verdickungsmittel. - Für die Schmierung der Kugellager von silikonisierten Motoren, die z.B. in Walzwerken, bei hohen Temperaturen betrieben werden müssen, haben sich Silikonschmierfette sehr gut bewährt.

Da Methylphenylsilikonöle in der DDR noch nicht großtechnisch hergestellt werden, sind auf dieser Basis hergestellte Fette noch nicht im Handel. Die im Institut für Silikon- und Fluorkarbon-Chemie Radebeul entwickelte Fettsorte F 4206, deren Produktion im VEB Chemiewerk Nünchritz demnächst aufgenommen werden soll, stellt ein Hoch- und Tieftemperaturfett dar.

4. Silikonkautschuk.

Zur Herstellung von Silikonkautschuk geht man im allgemeinen von einem sehr zähflüssigen öligen Methylsilikon aus, das man durch die Einwirkung eines Vernetzungsmittels (meist Benzoylperoxyd) unter Druck- und Hitzeeinwirkung weiterverarbeitet. Dabei tritt eine sparsame Vernetzung der zunächst kettenförmigen Molekeln ein, und es entsteht ein Produkt mit kautschukelastischen Eigenschaften.

Eine Anzahl von Faktoren bestimmt maßgebend die Qualität des Fertigproduktes, und zwar die Beschaffenheit des öligen Vorproduktes, die Wahl des oder der Füllstoffe sowie die Einhaltung genauer Vulkanisationsbedingungen.

Wegen der geringen zwischenmolekularen Kräfte bei den Silikonen liegt die normalerweise (d.h. bei genauer Einhaltung der maßgebenden Faktoren) erreichbare Zugfestigkeit nur bei 40 bis 70 kg/cm², also wesentlich niedriger als bei natürlichen

- 16 -

POOR ORIGINAL

- 16 -

oder anderem synthetischen Kautschuk. Mit Sondermischungen sollen jedoch neuerdings auch höher liegende Werte erreichbar sein.

Die elastischen Eigenschaften von Silikonkautschuk sind als gut zu bezeichnen. Man erreicht ohne Mühe 300-600 % Dehnung bei einer Shore-Härte von 50 bis 80.

Die Art der verwendeten Füllstoffe bedingt maßgebend nicht nur die physikalischen Eigenschaften, sondern auch das Aussehen. Wenn man die dem Silikonpolymeren chemisch verwandte Kieselsäure in kolloider Form als Füllstoff verwendet, gelangt man z.B. zu transparenten Material.

In der DDR wird Silikonkautschuk z.Zt. noch nicht großtechnisch hergestellt. Im Institut für Silikon- und Fluorkarbon-Chemie Radebeul wurde ein Verfahren zur Herstellung des Silikon-gummivorproduktes GI 7100 (V) entwickelt, welches in einiger Zeit im VEB Chemiewerk Nünchritz produziert werden soll.

Das Silikongummivorprodukt GI 7100 (V) ist eine noch fließende, benzollösliche, farblose Masse, in die auf 100 Teile 25 bis 50 Teile aktive oder 30 bis 150 Teile inaktive Füllstoffe sowie der Vulkanisationsbeschleuniger eingearbeitet werden können. Nach der Vulkanisation unter Druck und Hitzeeinwirkung gelangt man damit zu dem oben geschilderten Fertigmateri-
al. Diese zum Verpressen geeigneten Mischungen lassen sich auch verspritzen und man kann auf diese Weise mit Silikonkautschuk umkleidetes Leitermaterial herstellen.

Zum Beschichten oder Bestreichen z.B. von Glasfaser- oder Asbestfasergeweben verwendet man am besten Silikonkautschuk-Pasten oder -Dispersionen, die sowohl die Füllstoffe als auch den Vulkanisationsbeschleuniger bereits enthalten. Zur Dispergierung verwendet man organische Lösungsmittel, wie Benzol oder Toluol.

- 17 -

POOR ORIGINAL

- 17 -

Aufgrund seiner Wärme- und Kältebeständigkeit verwendet man Silikonkautschuk heute vor allem als Dichtungsmaterial, welches extremen Beanspruchungen unterworfen werden soll. Man nützt hierbei u.U. auch noch die "abhaesive" Wirkung aus, die verursacht, daß beispielsweise Eis selbst bei tiefen Temperaturen nicht oder nur wenig haftet. - Die guten dielektrischen Eigenschaften von Silikonkautschuk haben dazu geführt, daß man ihn seit einiger Zeit auch in der Elektrotechnik einsetzt und damit Wickeldrähte, z.B. für Bahnmotoren herstellt. Daneben findet mit Silikonkautschuk beschichtetes Glasfasermaterial (Bänder) für Isolationszwecke im Elektromaschinenbau Verwendung. Gegenüber der Silikonharzisolierung besteht bei der Silikonkautschukisolierung der Vorteil der besseren Elastizität und Porenfreiheit.

Am Rande sei erwähnt, daß Silikonkautschuk wegen seiner physiologischen Indifferenz und der Sterilisierbarkeit bei erhöhter Temperatur in der Medizin und der Pharmazie Eingang gefunden hat.

5. Hydrophobierungsmittel auf Silikonbasis.

Eine der Haupteigenschaften der Silikone ist ihre wasserabstoßende Wirkung, und es gibt eine ganze Reihe von technisch brauchbaren Verfahren, die je nach dem zu behandelnden Material anwendbar sind. Für die Elektrotechnik spielt die Hydrophobierung insofern eine Rolle, als dadurch u.U. die Isolationswerte verbessert werden können.

- 18 -

POOR ORIGINAL

- 18 -

5.1. Hydrophobierung mit organischen Chlorsilanen.

Die als Zwischenprodukte für die Herstellung der Silikone bedeutsamen organischen Halogensilane (z.B. die Methylchlorsilane) zeichnen sich durch ihre außerordentlich ausgeprägte Reaktionsbereitschaft mit Wasser, wie z.B. auch mit der Luftfeuchtigkeit, aus. Sie können daher dazu dienen, Glas- oder Keramikoberflächen, die ja in Gegenwart der Atmosphäre stets mit einem Wasserfilm überzogen sind, zu hydrophobieren. Das Verfahren ist sehr einfach durchführbar und äußerst sparsam, da die organischen Chlorsilane dampfförmig angewendet werden können. Man braucht die zu behandelnden Gegenstände (z.B. Elektrometerröhren, Glaskolben, Isolatoren) nur in eine Kammer zu bringen, die ein Gefäß mit dem niedrig siedenden Halogensilan enthält. Nach kurzer Einwirkungsdauer des Dampfes bei normaler Temperatur hat sich die auf der Glas- oder Keramikoberfläche ursprünglich vorhanden gewesene Wasserhaut mit dem Chlorsilan chemisch umgesetzt und einen Silikonfilm erzeugt.

Wenn aus irgendwelchen Gründen die Dampfbehandlung unzumutbar erscheint, so kann man die Methylchlorsilane auch in einem organischen Lösungsmittel gelöst anwenden. In diesem Falle eignet sich z.B. eine stark verdünnte Lösung in Trichloräthylen oder Tetrachlorkohlenstoff.

Das Hydrophobierungsverfahren mit organischen Chlorsilanen ist nur dort anwendbar, wo die bei der erwähnten chemischen Reaktion auftretende gasförmige Chlorwasserstoffsäure keine Schädigungen hervorrufen kann.

Methylchlorsilane werden in der DDR im VEB Chemiewerk Nünchritz großtechnisch hergestellt. Das für die Glas- oder Keramikhydrophobierung sehr gut brauchbare Gemisch wird unter der Bezeichnung **A q u a p h o b I** in den Handel gebracht.

- 19 -

POOR ORIGINAL

- 19 -

5.2. Hydrophobierung mit Alkalisilikonaten.

Ein weiteres Verfahren zur Hydrophobierung ist die Anwendung von Alkalisilikonaten, wie sie durch die Umsetzung des Verseifungsproduktes eines Monoalkylsilans mit starker Lauge entstehen. Technisch spielt vor allem Natriummethylsilikonat eine Rolle, welches, wie alle Alkalisilikonate, wasserlöslich ist und vor allem als Bautenschutzmittel Verwendung findet.

Die handelsübliche, 30 % Feststoff (entsprechend etwa 20 % Silikon) enthaltende Lösung mit einem pH-Wert von etwa 13 muß vor der Anwendung noch erheblich verdünnt werden. Sie erzeugt beispielsweise auf Mauerwerk oder Ziegeln einen dünnen Silikonfilm, indem sich das Alkalisilikonat allmählich mit der Luftkohlenensäure umsetzt. Das bei dieser Umsetzung mit gebildete Natriumkarbonat wird bei Baumaterialien allmählich durch den Regen gewegewaschen.

Für die Elektrotechnik hat dieses Hydrophobierungsverfahren heute noch keine Bedeutung erlangt.

Vom Institut für Silikon- und Fluorkarbon-Chemie in Radebeul wurde ein Präparat auf Methylsilikonatbasis für den Bautenschutz entwickelt, welches unter der Bezeichnung *Contraquini* in Kürze im VEB Chemiewerk Nünchritz großtechnisch hergestellt werden soll.

5.3. Hydrophobierung mit Silikonölpräparaten.

Es ist schon erwähnt worden, daß die Silikonöle besonders wasserabweisend wirken. Man hat sie deshalb auch erfolgreich als Hydrophobierungsmittel für die verschiedensten Zwecke eingesetzt.

- 20 -

POOR ORIGINAL

- 20 -

Für Glas- und Keramikoberflächen hat sich dasjenige Verfahren durchgesetzt, wonach man von einer wässrigen Emulsion eines Methylsilikonöls mittlerer Zähigkeit ausgeht. Das Behandlungsverfahren ist sehr einfach. Die sorgfältig (entweder mit Chromschwefelsäure oder einem Waschmittel) gereinigte Oberfläche taucht man in die im Verhältnis 1:50 bis 1:10 000 mit Wasser verdünnte Silikonölemulsion ein und brennt dann den Film bei 180-300° in einer halben Stunde ein.

Eine Silikonölemulsion für die Glashydrophobierung wird vom VEB Chemiewerk Nünchritz großtechnisch hergestellt und unter der Bezeichnung OE E 6008 in den Handel gebracht.

6. Literatur über Silikone (Auswahl).

6.1. Zusammenfassende Darstellungen.

Hunyar, A., Chemie der Silikone (Berlin 1952)

McGregor, R.R., Silicones and their Uses (New York 1954)

Müller, Rich., Chem. Technik 2, 7, 41 (1950)

Nitzsche, S. u. Wick, M., Chemiker Ztg. 76, 677 (1952)

Noll, W., Angew. Chemie 66, 41 (1954)

Post, H.W., Silicones and other Organic Compounds of Silicon (New York 1948)

Rochow, E.G., Einführung in die Chemie der Silikone (Weinheim 1952)

Stoeckert, K., Chemiker Ztg. 74, 548 (1950).

- 21 -

POOR ORIGINAL

- 21 -

6.2. Silikonlacke, Silikonisolierstoffe.

- Ehlers, G., ETZ 74, 553 (1953)
Gündel, G. u. Roch, J., Plaste und Kautschuk 1, 268 (1954)
Nitzsche, S., Dietz, W. und Kallak, H., ETZ 74, 71 (1953)
Nowak, P. u. Rickling, E., Kunststoffe 44, 191 (1954)
Pirson, E. u. Wick, M., Fette und Seifen 55, 794 (1953)
Pirson, E. u. Wick, M., Werkstoffe und Korrosion 6, 46 (1955)
Reuther, H., Plaste und Kautschuk 2, 127, 156 (1955).

6.3. Silikonöle, Silikonfette.

- Currie, G.C., Ind. Engng. Chem. 46, 2331 (1954)
Gainer, G.C., Ind. Engng. Chem. 46, 2355 (1954)
Holland-Merten, E.L., Reuther, H. u. Sliwinski, S.,
 Chem. Technik 5, 301 (1953)
Müller, Rich. u. Sliwinski, S., Chem. Technik 4, 334 (1952)
Müller, Rich., Sliwinski, S. u. Reuther, H., Chem. Technik 5,
 68, 118 (1953)
Reuther, H., Chem. Technik 4, 451 (1952) und 5, 268 (1953)
Reuther, H. u. Sliwinski, S., Chem. Technik 5, 306 (1953)
Sliwinski, S. u. Reuther, H., Chem. Technik 7, 252 (1955).

6.4. Textilveredlung mittels Silikon.

- Reuther, H., Sliwinski, S. u. Schneider, Chr., Chem. Technik 5,
 694 (1953) und 6, 381 (1954)
Reuther, H. u. Schneider, Chr., Textil- und Faserstofftechnik
4, 676 (1954).

- 22 -

POOR ORIGINAL

- 22 -

6.5. Bautenschutz durch den Einsatz von Silikonen.

Goebel, E., Baumeister 51, 167 (1954)

Pirson, E., Chem. Ing. Technik 27, 449 (1955).

7. Zusammenstellung der in der DDR erhältlichen Silikone (Stand vom 1.1.1957).

Die Bezugsquellen sind durch folgende Bezeichnungen gekennzeichnet:

- (N) = VEB Chemiewerk Münchritz, Münchritz 2 über Riesa
- (R) = Institut für Silikon- und Fluorkarbon-Chemie, Radebeul-Dresden
- (P) = VEB Leitungswerk Plauen, Plauen (Vogtl.)
- (H) = VEB Lokomotivbau-Elektrotechnische Werke "Hans Beimler" Hennigsdorf b. Berlin
- (Z) = VEB Isolierstoffwerk Zehdenick.

7.1. Silikonlacke und Silikonisoliertstoffe.

- Silikonlack L 150, Methylphenylsilikonlack, kurz einbrennend (N)
- Silikonlack L 152, Methylphenylsilikonlack, lang einbrennend (N)
- Silikonlack L 27, Methylphenylsilikonlack, sehr lang einbrennend (R)
- Silikonlack L 565, Methylsilikonlack, kurz einbrennend (N)
- Silikonlack L 5088, Silikonalkydlack, (R)
- "Glasil", Glasfaser-Silikon-Bänder und -Schichtpreßstoffe (H)
- "Aspasil", Asbestpapier-Silikon-Schichtpreßstoffe (H)
- "Asfasil", Asbestfaser-Silikon-Schichtpreßstoffe (H)
- "Micasil", Glimmer-Silikon-Schichtpreßstoff (H)

- 23 -

POOR ORIGINAL

- 23 -

"Novomicanit" (H)
 Glasfaser-Isolierschläuche (mit Silikonlack imprägniert)(Z)
 "Glasil"-Dynamo- und Wickeldrähte (P)

7.2. Silikonöle, Silikonfette, Textilimprägniermittel,
 Entschäumungsmittel, Polituren.

Silikonöle OE 4018, Methylsilikonöle verschiedener Zähig-
 keit (N)
 Silikon-Diffusionspumpenöl OE 4018/50 D (N)
 Silikonöle OE 4011 und OE 4129, Methylphenylsilikonöle
 verschiedener Zähigkeit (R)
 Silikonfette F 4203 und F 4204, Vakuumdichtungsmittel,
 Entformungsmittel für Polyamide und Gießharze,
 Feuchtigkeitsschutz für elektrische Systeme (N)
 Silikonfette F 4202 und F 4206, Hoch- und Tieftempera-
 turschmiermittel (R)
 "Aquatex 4040 und 4041", Silikon-Textilimprägniermittel (R)
 "Antaphron", Silikon-Entschäumungsmittel (R) (N)
 "Silipol", "Silipol (S)", Autopflegemittel mit
 Silikonzusatz (N)
 "Silipol (G)", Fensterputzmittel mit Silikonzusatz (N)

7.3. Sonstige Silikonprodukte.

Silikonkautschuk-Vorprodukt Gi 7100 (V) (R)
 "Aquaphob I", Chlorsilangemisch als Hydrophobierungs-
 mittel (N)
 "Contraquin I", Bautenschutzmittel auf Silikonbasis
 (Alkalisilikonat) (R) (N)

- 24 -

Übersicht über die Eigenschaften von Silikonen

	Flüssige Silikone	Plastisch-elastische Silikone	Feste Silikone
Beschaffenheit	Klar, farblos, meist geruchlos	Ohne Füllstoffe farblos, geruchlos	Klar, ohne Füllstoffe farblos bis schwach bräunlich
Dichte bei 20° C	0,8 bis 1,2	bis etwa 1,2	bis etwa 1,2
Brechungsindex bei 20° C	1,4 bis 1,5	etwa 1,4	1,4 bis 1,5
Dielektrizitätskonstante bei 20° C	2,2 bis 3,6	2,8 bis 3,5	etwa 3,5
Verlustwinkel tg δ	10 ⁻⁵ bis 10 ⁻⁴	—	etwa 10 ⁻³
Chemische Beständigkeit	Oxydationsbeständig bis 180° C, beständig gegen die meisten Chemikalien, außer Basen und starken Säuren	Oxydationsbeständig bis 180° C, beständig gegen die meisten Chemikalien, außer Basen, starken Säuren und überhitzten Wasserdampf	Oxydationsbeständig bis etwa 200° C, beständig gegen die meisten Chemikalien, außer starken Basen
Besondere physikalische Eigenschaften	Je nach dem chemischen Aufbau mischbar oder nicht mischbar mit Mineral- oder Pflanzenölen		Im ausgehärteten Zustand: unschmelzbar und unlöslich, quellbar durch aromatische und chlorierte Kohlenwasserstoffe
Thermische Eigenschaften	Niedriger Schmelzpunkt: unter -60° C, Wärmebeständigkeit bis 180° C (p. U. auch 300° C), hoher Flammpunkt (bis über 300° C), Nebel beim Verbrennen	Elastische Eigenschaften zwischen -60 u. +180° C, schwer entzündbar, Entstehung weißer SiO ₂ -Nebel beim Verbrennen	Beständig zwischen -50 und 200° C, schwer entzündbar, Entstehung weißer SiO ₂ -Nebel beim Verbrennen
Wasserabweisende Eigenschaften	Mit Wasser nicht mischbar, bzw. nicht lösliche Flüssigkeiten, als dünne Schicht (Film) auf Papier, Geweben, Glas, Keramik		Als Harze oder Lackschichten auf Metallen, Glas, Keramik
Anwendungsform	als Flüssigkeiten, als Emulsionen, als Emulsionspaste, als Lösung in einem organ. Lösungsmittel	zum Auftragen dünner Schichten durch Spritzen oder Zerstäuben In Verbindung mit Füllstoffen	Als anhydrierte Harz- oder Lacklösungen in organischen Lösungsmitteln, als Emulsionen, seifenem im lösungsmittelfreien Zustand, mit Pigmenten versetzt und gegebenenfalls plastifiziert, Erwärmung auf 150° C - 300° C zur Härtung, gelegentlich unter Verwendung von Beschleunigern.

POOR ORIGINAL

50X1-HUM

POOR ORIGINAL

(18) 3.
 Vortrag auf der "Internationalen Spezialistentagung
 über Isolierstoffe" im Februar 1957

Über den Stand der Herstellung von Silikon-Isolier-
stoffen in der DDR. 50X1-HUM

von Dr. H.-J. P h i l i p p, Hennigsdorf.

Auswahl und Prüfung der Ausgangsrohstoffe.

a) Bindeharze.

Die Silikone, die in Form von Bindeharzen bei der Silikon-Isolierstoffherstellung Verwendung finden, kann man bündeltlich auf Grund ihres strukturellen Aufbaues weder den rein organischen noch den rein anorganischen Kunststoffen zuordnen, sondern sie stehen auf der Grenze zwischen beiden. Hieraus ergibt sich, daß zur Charakterisierung der zur Verarbeitung kommenden Silikonharzlösungen abgewandelte Prüfmethoden, die speziell auf die Eigenschaften der Silikone abgestimmt sind, angewandt werden müssen.

Im Rahmen unserer Entwicklung wurden besonders eine abgewandelte Methode zur D-Zeitbestimmung von Silikonen und eine Abwandlung der Methode zur Resitbestimmung für brauchbar befunden.

Auf Grund der Erfahrungen bei Anwendung der genannten Methoden wird z.Zt. die Lieferung von Silikonlacken nach vorläufigen Richtwerten vorgenommen (Tafel 1).

Tafel 1. Richtwerte für Silikonharzlösungen

Harztyp	Festkörpergehalt %	Lösungsmittel	Viskosität	D-Zeit
I 150	ca. 60	Toluol	> 50	90 + 30
L 152	" 60	Toluol	> 40	< 240
L 565	" 60	Toluol	> 50	< 60

b) Trägerstoffe

Mit dem Einsatz von Glasgeweben und Asbestpapierern, wie sie zur Herstellung von Silikonschichtstoffen verwendet werden, ergibt sich wie bei den Bindeharzen selbst die Notwendigkeit, andere Untersuchungsmethoden anzuwenden. Bei Prüfung von Glasgeweben auf ihre Eigenschaften besteht eine besondere Schwierigkeit in der großen statistischen Schwankung der gemessenen Werte.

Um sich Kenntnisse über die Werte des reinen Glasfasernetzes zu verschaffen, ist es notwendig, den störenden Einfluß organischer Schmelzen und gegebenenfalls Schichten auf thermischen oder chemischen Wege zu eliminieren.

Ein besonderes Problem stellt der laboratorienmäßige Nachweis des Einflusses der sogenannten "hydrolytischen Klasse" der Gläser dar. Die Bestimmung der hydrolytischen Klasse selbst erfolgt nach DIN 12 111. Danach folgt eine Darstellung, wie sie aus Tafel 2 zu sehen ist.

50X1-HUM

POOR ORIGINAL

- 2 -

Tafel 2. Hydrolytische Widerstandsfähigkeit von Glas

Gütegrad (hydrolytische Klasse)	herausgelöste Alkalioxyd %
I	60
II	120
III	530
IV	1240

Es wird z.Zt. nicht nur bei uns, sondern auch im Ausland so verfahren, daß man für elektrotechnische Zwecke ausschließlich Gläser der hydrolytischen Klasse I zur Verwendung empfiehlt.

Auch auf die Prüfung von Asbestpapieren werden neben den Methoden der einschlägigen TGL bzw. DIN-Vorschriften zusätzliche bzw. abgewandelte Bestimmungen angewandt.

Tafel 3. Ergebnis einer thermischen Sonderprüfung an 2 Asbestpapiersorten

Behandlungstemperatur °C	Gewichtsverluste in %	
	Sorte 1	Sorte 2
105	2,0	0,7
250	3,1	1,2
800-900	17,3	15,6
Glührückstand	77,6	82,5

Technologie der Weiterverarbeitung zu Elektroisolierstoffen

Die Lackierung der Trägermaterialien, Asbestpapier und Glasgewebe, erfolgt auf einer infrarotbeheizten Lackiermaschine horizontaler Bauart mit angetriebenen Traghaspeln im Trockenkanal. Hierdurch können die Vorteile bezüglich Maschinenwartung, Kontrolle des Lackiervorganges und baulicher Investitionen ausgenutzt werden. Vor dem Lackieren der Glasseiden und Glasstapelfaserergrobgewebe erfolgt eine Entschlichtung.

Die mit einer Mischung von Silikonlack L 150 und L 152 lackierten Glasseidengewebe werden auf Bänder verarbeitet, mit Breiten von 10 bis 1000 mm. Die Dicke der Bänder ist abhängig vom eingesetzten Glasgewebematerial (für die Normalausführung z.Zt. $0,12 \pm 0,02$ mm). Lackierte Glasseidengewebe können auch zu Platten verpreßt werden.

Lackierte Glasstapelfaserergrobgewebe werden zu sogenannten "Glasil G"-Platten, mit einer Dicke ab 1 mm, normalerweise bis 25 mm in Nennstärken wie Hartgewebetafeln gemäß DIN 40606 verpreßt. Lackiertes Asbestpapier in Plattenform ("Aspasil") wird ab 0,5 mm in Nennstärken wie Hartpapiertafeln 2061 gemäß DIN 40605 geliefert. Die Fertigformate betragen max. 1050×1050 mm der spezifische Flächendruck beim Pressen beträgt 75 kg/cm^2 .

Außer den reinen Silikonlacken werden auch Silikonkombinationslacke zur Tränkung und Imprägnierung benutzt. Sie finden vor allem in Form lackierter Glasseidenbänder Anwendung in der Elektrotechnik mit gleichen Abmessungen wie "Glasil-F"-Bänder.

- 3 -

POOR ORIGINAL

- 3 -

Silikongummi befindet sich in Form von beschichteten Glasgeweben in der Einführung.

Silikone werden in der DDR nicht nur zu Schichtstoffen verarbeitet, sondern auch zur Hydrophobierung von anorganischem Elektroisolationmaterial benutzt. Dabei finden sowohl Silikonlacke als auch Kieselsäureester Verwendung.

Methoden der Fertigungskontrolle.

Veranlaßt durch die hohen Aushärtetemperaturen und langen Härtezeiten wurden Versuche mit Reaktionsbeschleunigern bei der Herstellung von Silikonschichtpreßstoffen durchgeführt. Nicht alle Stoffe, die an sich eine Beschleunigung der Aushärtung hervorrufen, eignen sich dazu.

Im Zusammenhang mit der Herstellung von Silikonisolerstoffen ist die hartnäckige Thermoplastizität von Silikonen erwähnenswert, die bei nicht richtiger Führung des Härtingsprozesses beobachtet werden kann. Aus dieser Erkenntnis heraus erfolgt eine laufende Fertigungskontrolle durch Bestimmung der nach löslichen Anteile von Bohrspänen des fertig ausgepreßten Silikonisolerstoffes sowie Feststellung der Wärmeformbeständigkeit nach Martens. Über einen gewissen Bereich liegende Löslichkeitswerte deuten auf unzureichende Formbeständigkeit eines Silikonschichtpreßstoffes. Hieraus geht die Wichtigkeit der richtigen Führung des Härteprozesses bei Verwendung von Silikonen eindeutig hervor, wenn Fehlschläge vermieden werden sollen. Es ist bemerkenswert, daß bei Verpressung eines mit Silikonlack L 150 lackierten Glasfasergrobgewebes insofern andere Verhältnisse wie bei Aspasil-Pressungen herrschen, als hierbei der Silikonlack ein ganz anderes Härungsverhalten zeigt. Die Methode des Nachbackens von Silikonschichtpreßstoffen ist wegen der damit verbundenen Auftreibung und Stärkezunahme des Materials sowie gleichzeitiger Spaltfestigkeitsabnahme nicht ohne besondere Vorsichtsmaßnahmen möglich.

Bei dünnen Plattenmaterialien (≤ 3 mm) erfolgt eine Fertigungskontrolle durch Bestimmung der Löslichkeitsanteile und des Oberflächenwiderstandes vor und nach Feuchtebehandlung während 96 h bei 80% relativer Luftfeuchtigkeit. Die Feststellung ausreichender Widerstandswerte ist gleichzeitig ein Anhaltspunkt für genügenden Harzgehalt der Platten.

Bei Bearbeitung von Silikon-Schichtpreßstoffen muß ein hoher Werkzeugverschleiß in Kauf genommen werden, der auf die anorganische Struktur des Isolierstoffes zurückzuführen ist. Am besten ist eine Bearbeitung wie bei Hartpapier und Hartgewebe möglich. Zur Zeit werden Silikon-Schichtpreßstoffplatten bis 10 mm Dicke mit einer Kreissäge geschnitten, ab 10 mm mit einer Bandsäge.

Schlußbetrachtungen.

Im Zusammenhang mit dem Bestreben, höhere Isolationsklassen zu erreichen, wie das aus Abschnitt B "Einteilung der Isolierstoffe nach Temperaturbeständigkeitsklassen" der "Regeln für elektrische Maschinen", VDE 0530/7.55, hervorgeht, beansprucht das Verhalten von Isolierstoffen bei Wärmebeanspruchung und die Prüfung dieses Verhaltens besonderes Interesse. Die Hauptschwierigkeit solcher Untersuchungen liegt darin, daß noch keine Aussagen darüber gemacht werden können, welche verbindlichen Schlüsse sich aus den angewandten Kurzzeitprüfungen

- 4 -

POOR ORIGINAL

- 4 -

auf das tatsächliche Verhalten eines Stoffes bei Langzeitbeanspruchung ziehen lassen.
 Es liegt auch hier die Notwendigkeit vor, den Besonderheiten des Verhaltens der Silikone durch Erarbeitung neuer Prüfmethoden Rechnung zu tragen.
 Da naturgemäß die Frage der Lebensdauer einer auf Silikonbasis aufgebauten Isolation besonderes Interesse beansprucht, werden hierzu einige Ausführungen gemacht.
 Außer Beachtung der angeführten rein technischen Erfordernisse muß mit Rücksicht auf den hohen Preis der Silikone besonders auf die Notwendigkeit eines werkstoffgerechten Einsatzes hingewiesen werden.

Hennigsdorf, den 7.1.57

Hennig
 Leiter der Forschungs- und Entwicklungsstelle für Elektro-Isolierstoffe

(Auszug aus der 2. Mitteilung der Veröffentlichungsreihe über "Neue Isolierstoffe auf Silikon- und Glimmerpapierbasis" in der "Deutschen Elektrotechnik").

POOR ORIGINAL

4

Vortrag auf der "Internationalen Spezialistentag
über Isolierstoffe" im Februar 1957

Über den Stand der Herstellung von Isolierstoffen auf
Glimmerpapierbasis in der D D R 50X1-HUM

Dipl.-Physikerin Ingeborg P h i l i p p ,Hennigsdorf

Die Elektrotechnik fordert in letzter Zeit immer stärker Isolierstoffe der Erwärmungsklassen B, F und H. Damit gewinnt der Glimmer als temperaturbeständiges Isoliermaterial wachsende Bedeutung.

Stand der Technik

Heute werden die Glimmerisolierstoffe im wesentlichen noch nach dem seit 1892 bekannten Verfahren hergestellt. Der Glimmer wird in den Ursprungsländern bergmännisch abgebaut, von Hand gespalten und der Spaltglimmer in den Isolierstoffwerken vorwiegend in einem Handklebeprozess zu Platten, Bändern oder Folien verklebt.

Es gibt aber seit einigen Jahren ein Verfahren zur Herstellung von Glimmerisolierstoffen, das die langwierigen Handarbeitsprozesse zu umgehen erlaubt und zu Isolierstoffen sehr grosser Homogenität und damit gleichmässiger Dicke und gleichmässigen elektrischen Werten führt. Das Prinzip dieses Verfahrens wurde 1939 von dem französischen Chemiker Jaques Bardet gefunden.

Arbeitszeitvergleich zwischen Mikanit und Novomikanitherstellung:

Technologischer Prozess bei
der Mikanitherstellung

Technologischer Prozess bei
der Novomikanitherstellung

Bergglimmer

Aufspaltung von Hand
zu Spaltglimmer 330:1

Verkleben zu Mikanit-
erzeugnissen, vorwie-
gend von Hand 6:1

100:1

Bergglimmer

Thermisch-chemische Aufberei-
tung zu Glimmerpulpe

Maschinelle Herstellung von
Novomikaniterzeugnissen

50X1-HUM

Wie die Tafel zeigt, verhalten sich die aufzuwendenden Arbeitszeiten insgesamt wie 100:1. Trotz Chemikalien- und Energieverbrauch ist das neue Herstellungsverfahren merklich billiger.

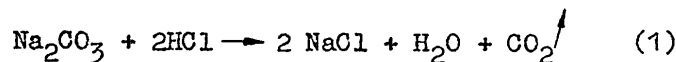
POOR ORIGINAL

- 2 -

50X1-HUM

Glimmer liegt in der Natur als ein in Ebenen kristallisiertes Mineral vor. Die Kristallisationsebenen bilden dabei ausgezeichnete Spaltflächen, was man sich bei dem klassischen Verfahren der Mikanitherstellung zunutze macht. Dem neuen Verfahren der Glimmerpapierherstellung liegt der Gedanke zugrunde, dass man zwischen den Spaltflächen eine Gasentwicklung stattfinden lässt und damit das Gefüge des Glimmers soweit auflockert, dass es sich durch Rühren in eine Pulpe umwandeln lässt.

Nach dem "Samica"-Verfahren wird der Glimmer nach einer thermischen Behandlung in eine Sodalösung eingetragen. Diese dringt zwischen die Schichten ein. Der mit der Sodalösung vollgesogene Glimmer wird in eine Säure eingetragen. In dieser verläuft die zwangsläufige Reaktion gemäss Formel (1)



bei der ein Gasvolumen (CO_2) frei wird, welches den Glimmer aufschliesst.

Es gibt noch andere Verfahren z.B. Ausfrieren des Glimmers u.s.w. Das beschriebene Verfahren besitzt jedoch die grösste Bedeutung, da es im technischen Maßstab eine wirtschaftliche Aufbereitung des Glimmers erlaubt.

Herstellung von Glimmerpapier in der DDR

Als in der Deutschen Demokratischen Republik 1952 die Entwicklungsarbeiten zur Glimmerpapierherstellung aufgenommen wurden, konnte auf diesem technischen Stand aufgebaut werden. Um eine möglichst rasche Produktionsaufnahme zu ermöglichen, wurde so vorgegangen, dass nach orientierenden Laborversuchen eine halbtechnische Anlage zur Ermittlung technologischer Werte in Betrieb genommen wurde. Neben den Versuchen im halbtechnischen Maßstab liefen ergänzend Laboruntersuchungen. Gleichzeitig wurde, aufbauend auf den in der halbtechnischen Anlage gewonnenen technologischen Werten, die Fabrikanlage projektiert. Durch dieses Vorgehen war es möglich, dass bereits im Herbst 1955 in der grosstechnischen Fabrikanlage die Versuchproduktion aufgenommen werden konnte.

Dabei wurden verfahrenstechnisch bei der Glimmernaufbereitung und in der Herstellungstechnologie der Glimmerpapiere etwas andere Wege beschritten als bei der "Samica".

- 3 -

50X1-HUM

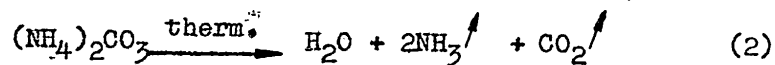
POOR ORIGINAL

- 3 -

50X1-HUM

Das Aufbereitungsverfahren wurde dadurch vereinfacht, dass der Glimmer in einer Ammonkarbonatlösung aufgeschlossen wurde.

Ammonkarbonat zersetzt sich bekanntlich gemäss Formel (2)



thermisch in mehrere gasförmige Komponenten. Es können also mehrere Gasvolumina entbunden werden, die den Aufschluss des Glimmers zu einer Pulpe bewirken. Diese Arbeitsweise stellt gegenüber der in der Literatur bekannten⁽¹⁾ eine Vereinfachung z.B. insofern dar, als nicht mehr in säurefesten Apparaturen gearbeitet werden muss.

In der Technologie der Glimmerpapierherstellung wurden ebenfalls andere Wege gegangen. In der bereits genannten Veröffentlichung von Georges und Metzger ist bekannt, dass Glimmerpapier auf einer Langsiebmaschine hergestellt wird. Wir verwenden eine Rundsiebmaschine und haben damit den Vorteil, dass wir in einem Arbeitsgang Mehrschichtenmaterial, wie z.B. Novomikafolium herstellen können und dass wir mit wesentlich höherer Arbeitsgeschwindigkeit fahren können

50X1-HUM

[1] Georges, H., und Metzger, L.: Glimmerpapier Samica. Revue Gen. de L'electricite (Dez. 1950) S. 519-524

- 4 -

POOR ORIGINAL

- 4 -

Isoliermaterialien auf Glimmerpapierbasis

50X1-HUM

Das nach dem letztgenannten Verfahren gefertigte Glimmerpapier stellt das Ausgangsprodukt dar für eine Reihe von Glimmerisoliermaterialien, die unter dem Begriff Novomikazerzeugnisse zusammengefasst werden.

Diese Isoliermaterialien weisen sowohl in ihren mechanischen Eigenschaften als auch im elektrischen Verhalten alle Kennzeichen eines Schichtpreßstoffes auf. Trotz ihrer kleinen Abmessungen rufen die Glimmerfitterchen eine ausgeprägte Schirmwirkung hervor.

1. Novomikanit

Novomikanit entsteht durch schichtweise Verklebung des Glimmerpapiers unter Druck und Temperatur, wodurch ähnlich dem Hartpapier ein plattenförmiger Schichtpreßstoff gebildet wird, der lediglich die Bestandteile Glimmer und Bindemittel enthält und gegenüber den bekannten Spaltglimmerqualitäten auch in grösseren Dicken gefertigt werden kann.

Prinzipiell ist der Einsatz aller klebfähigen Isolierlacke als Bindemittel möglich, gegenwärtig kommen Schellack zur Erzielung einer Temperaturbeständigkeit der Isolationsklasse B (130°C) und Silikonlack zum Einsatz, wobei letzterer dem Isolierstoff eine Temperaturbeständigkeit von 180°C entsprechend Isolationsklasse H nach VDE 0530/7:55 verleiht.

Novomikanit lässt sich mechanisch bearbeiten, ohne dass besondere Vorkehrungen getroffen werden müssen. Die gebräuchlichen Bearbeitungsverfahren Schneiden, Stanzen, Sägen, Bohren, Schleifen und Fräsen, können entsprechend der Plattendicke angewendet werden.

Novomikanit findet bevorzugte Anwendung für Kommutatorisoliationsstege und Zwischenlagen verschiedener Ausführungen.

2. Novomikaflex

Novomikaflex entsteht durch Kombination des Glimmerpapiers mit einem Glasseidengewebeträger, wobei als Bindemittel ausschliesslich Silikonlack zur Anwendung kommt. Auf diese Weise wird ein flexibler Isolierstoff gebildet, bei dem die Glimmerpapierauflage gute elektr. Werte gewährleistet und der Glasseidengewebeträger eine ausgezeichnete mechan. Festigkeit garantiert. Die Verwendung von Silikonlack als Bindemittel gestattet, Novomikaflex bis zu Dauertemperaturen von 180°C entsprechend Isolationsklasse H nach VDE 0530 zu verwenden.

50X1-HUM

- 5 -

POOR ORIGINAL

- 5 -

50X1-HUM

Novomikaflex wird mit angehärtetem Bindemittel ausgeliefert und lässt sich, wie alle flexiblen Materialien, stanzen und schneiden. Novomikaflex wird als Zwischenlagenmaterial eingesetzt und zur Herstellung von Formstücken verwendet.

3. Novomikafolium

Novomikafolium besitzt einen ähnlichen Aufbau wie das bekannte Spaltglimmererzeugnis Mikafolium. Dieses Erzeugnis demonstriert sehr eindrucksvoll einen wesentlichen Vorzug des in der DDR eingeschlagenen Weges in der Technologie der Glimmerpapierherstellung, nämlich die Möglichkeit, Glimmerpapier und Zellstoffträger in einem Arbeitsgang herzustellen und innig miteinander zu verbinden.

Novomikafolium wird in Rollen mit einer Breite von 1 m hergestellt, ist aber auch in Rollen geringerer Breite bis zu 10 mm lieferbar. Es erhält erforderlichenfalls eine Oberflächenlackierung, bestehend aus Schellack oder Silikonlack.

Das Anwendungsgebiet von Novomikafolium erstreckt sich beispielsweise auf Umbügelungen von Spulenseiten und Polkernen, sowie auf Zwischenlagen der verschiedensten Ausführungen.

Es darf die Hoffnung ausgesprochen werden, dass das Vorhandensein der Werkstoffe auf Glimmerpapierbasis der Elektrotechnik in ihrem Bestreben weiterhilft, Isolationsprobleme gut und dabei billig zu lösen.

Heurigsdorf, den 14. 1. 1957

Heurigsdorf

Abteilungsleiterin in der
Forschungs- u. Entwicklungsstelle
für Elektroisolierte Stoffe

(Auszug aus der 3. Mitteilung der Veröffentlichungsreihe
über neue Isolierstoffe auf Silikon- u. Glimmerpapierbasis
in der Deutschen Elektrotechnik)

50X1-HUM

POOR ORIGINAL

50X1-HUM

31

51

Anwendung siliziumorganischer
Verbindungen in der Elektrotechnik.

Ministerium für Elektroindustrie
in der UdSSR.

50X1-HUM

POOR ORIGINAL

1.
Die Isolation der elektrischen Maschinen und Geräte während des Betriebes steht unter Einwirkung des magnetischen Feldes, der Erwärmung der mechanischen Beanspruchungen, Feuchtigkeit, gleichfalls auch unter der Einwirkung der aktiven chemischen Reagenten, Staubes, niedrigeren Temperaturen usw.

Dabei entstehen in der Isolation die umkehrbaren und nicht umkehrbaren physiko-chemischen Prozesse, die zu einer Verschlechterung der physiko-mechanischen und der dielektrischen Kenndaten führen und dadurch die Isolation verschlechtern. Bei der nicht umkehrbaren Verschlechterung der Isolation ist die thermische Alterung des Dielektrikum wesentlich.

Während der Alterung des Dielektrikum entsteht die Aufbau-änderung der Molekülen, die durch thermo oxidierende Änderung der Struktur einerseits die Molekülen vergrößern, andererseits die Zersetzung der Molekülen hervorrufen.

Falls die ersten Änderungen, die für das Anfangstadium der thermischen Alterung gekennzeichnet sind, die Viskosität und mechanische Festigkeit vergrößern, so führen die weiteren Änderungen zur Verschlechterung der Elastizität, der mechanischen und elektrischen Festigkeit, Feuchtigkeitsbeständigkeit und anderen Kenndaten.

Trotz der Kompliziertheit der physich-chemischen Prozesse, die bei der thermischen Alterung in dem Dielektrikum entstehen, ändern sich die Ausgangskenndaten des Dielektrikum in bestimmten Gesetzmäßigkeiten. Aufgrund der Kinetik der physiko-chemischen Prozesse, die in dem Dielektrikum bei der thermischen Alterung

POOR ORIGINAL

2.

entstehen, ist festgestellt worden:

- a) Logarithmus der Größe, die Eigenschaft des Dielektrikum charakterisiert, ändert sich proportional der Zeit:

$$\ln P = \pm Kt + A$$

- b) Logarithmus der Lebensdauer des Dielektrikums ist umgekehrt proportional der absoluten Temperatur

$$\ln t = \frac{M}{T} N$$

wobei T absolute Temperatur bedeutet.

$$M = \frac{\Delta E}{R} \quad \text{wobei } \Delta E$$

Aktivierungsenergie der thermooxidierenden Reaktion ist.

R = die Zahl "Avogadro"

N = ist ein Wert, der durch die Anzahl des Molekülzusammenstoßens in einem einheitlichen Volumen und einheitlicher Zeit unter der Berücksichtigung des Sterilisierungsfaktors bestimmt wird. Folglich kann die Verlängerung der Lebensdauer der elektrischen Isolation bei der bestimmten Temperatur nur bei der Verwendung solcher Isolationsmaterialien erreicht werden, die kleine konstante "K" der thermooxidierenden Reaktion haben.

Zu diesem Dielektrikum gehören die Polliorganosiloksane die verhältnismäßig wenig ihre Molekulastruktur ändern und daher auch die Kenndaten derselben bei Temperaturen von 180°-200° C unverändert bleiben.

Unsere Versuche haben bewiesen, daß die Lebensdauer der siliziumorganischen Isolation bedeutend höher als bei derselben Temperatur der organischen Lacke und Compounds enthaltenden Isolation ist. Das ist bedingt durch höheren Wert von "N" bei der Polliorganosiloksane, da die Größe "M" von diesen Polimaren sich wenig von derselben der organischen Stoffe (Harze, Lacke und Elastomeren) unterscheidet.

POOR ORIGINAL

3.

Die Anwendung der siliziumorganischen Werkstoffe ermöglicht nicht nur die Lebensdauer der Isolation der elektrischen Einrichtung, die in schweren Betriebsverhältnissen arbeitet, zu vergrößern, sondern auch die Betriebserwärmung der elektrischen Einrichtung bis $180^{\circ} - 200^{\circ} \text{C}$ bei der Beibehaltung der langen Lebensdauer der Isolation zu erhöhen.

Die Erhöhung der Betriebserwärmung der elektrischen Maschinen mit siliziumorganischer Isolation bis $180^{\circ} - 200^{\circ} \text{C}$ ermöglicht die Beschränkung des Gewichtes und der Abmessungen der Maschinen im Vergleich zu denselben mit Isolation Klasse "B" zu erreichen.

Daher findet in der Sowjetunion für die elektrischen Maschinen für schwere Betriebsverhältnisse (Kohlen- und Hüttenindustrie, elektrifizierten Transport usw.) sowie bei der Projektierung der neuen Reihen und Typen der Elektrischen Maschinen mit der hohen Ausnutzung der aktiven Werkstoffe, die siliziumorganische Isolation immer größere Verwendung. Die langjährige Erfahrung bei der Verwendung der siliziumorganischen Isolation für die elektrischen Maschinen hat die großen Vorteile dieser neuen Isolationsklasse bewiesen.

Weiter werden angeführt die Kenndaten, die den Ausnutzungseffekt der siliziumorganischen Isolation für die elektrischen Maschinen aufgrund unserer Forschungen und Betriebserfahrungen in unserem Lande charakterisieren.

1. Kohlengrubenmotoren.

Die Betriebsverhältnisse für Kohlengrubenmotoren und Kohlenkombainen unterscheiden sich wesentlich von den Arbeitsbedingungen der Elektromotoren in anderen Industriegebieten wie nach der Belastungsart (öfteren Anlauf und Reversierung, große

POOR ORIGINAL

4.

Überlastungen) sowie auch nach sehr ungünstigen Verhältnissen bei denen die Motoren betrieben werden (große Feuchtigkeiten, das Durchdringen auf Isolation des Schachtwassers, Getriebeöles, Kohlenstaubes usw.).

Wir haben die neue verbesserte Isolation für Grubenschachtmotoren aufgrund der Ausnutzung der siliziumorganischen Lacke in Verbindung mit glimmer- und glasfaserigen Werkstoffen entwickelt.

Die durchgeführten Vergleichsversuche mit Ständerwicklungen mit Isolation Klasse "B" und mit siliziumorganischen Werkstoffen haben bewiesen, daß siliziumorganische Isolation im Vergleich zur Isolation Klasse "B" bedeutend höhere Wärmebeständigkeit und Betriebssicherheit hat. Daher werden die Grubenschachtmotore, die schlagwettergeschützten Motore sowie die Motore für schwere Betriebsverhältnisse in der Elektroindustrie der SU mit siliziumorganischer Isolation hergestellt.

Die 6-jährige Erfahrung bei dem Betrieb der Kohlengrubenmotoren und Motoren für Kohlenkombaine ausgeführt mit siliziumorganischer Isolation hat die wesentlichen Vorteile dieser neuen Isolationsklasse bewiesen, da die Lebensdauer bei Isolationen der Kohlengrubenmotoren bei der Verwendung der siliziumorganischen Isolation wesentlich länger ist.

2. Die Elektromotoren mit feuchtigkeitsfester Isolation für die schweren Betriebsverhältnisse.

Die für die erwähnte Isolationsklasse zulässigen und besonders erhöhten Erwärmungen der Isolation mit Gehalt der organischen Faserstoffe sowie der organischen Lacke und Kompounden, verringern die Feuchtigkeitsfestigkeit derselben.

Auch in solchen Fällen, wenn die Motorisolation auf Basis der Glimmer mit dem Gehalt der organischen Komponenten (Lacke

POOR ORIGINAL

5.

und Harze) hergestellt ist, in seinem Anfangsstadium hohe Feuchtigkeitsfestigkeit hat, verliert diese Isolation in Betriebsverhältnissen ihre ursprüngliche Feuchtigkeitsfestigkeit und folglich auch die Betriebssicherheit.

Eine wesentliche Erhöhung der Betriebssicherheit der Isolation der elektrischen Maschinen, die unter schweren Betriebsverhältnissen arbeiten und deren Isolation der Auswirkung hoher Feuchtigkeit, Wasser, starker mechanischer Beanspruchungen (Erschütterungen und Schläge) ausgesetzt ist, kann durch die Anwendung der Glimmerglas siliziumorganischen Isolation erreicht werden.

Die durchgeführten Vergleichsversuche der Elektromotoren mit Isolation der Klasse "A" und "B" der feuchtigkeitsfesten Ausführung, wie auch mit siliziumorganischer Isolation haben bewiesen, daß siliziumorganische Isolation sehr hohen Widerstand nach der Anfeuchtung nicht nur in dem Ausgangszustande und gleichfalls, was besonders wichtig ist, nach der dauerhaften thermischen Alterung bei der erhöhten Temperatur ($190^{\circ} - 215^{\circ}\text{C}$) aufweist.

Als Grundlage der Entwicklung des neuen Isolationssystems für die Asynchronmotoren in feuchtigkeitsfester Ausführung wurde folgendes festgestellt:

1. Die organischen Werkstoffe sollen nicht verwendet werden, weil dieselben keine genügende Wärme und Feuchtigkeitsfestigkeit besitzen.
2. Für die Grundisolation (Ständerisolation und Zwischenfasenisolation) werden Glas- und Glimmerglasstoffe mit siliziumorganischen Lacken und für die Isolation der Wicklungen die Wickelleitungen mit glassiliziumorganische Isolation verwendet. (Marke PSDK und PETRSO).

POOR ORIGINAL

6.

3. Die Stirnflächen der Spulenwicklungen werden mit Glasband oder mit Glasmikolitband isoliert.
4. Die Ausführungsenden der Leitungen werden mit siliziumorganischem Gummi isoliert.
5. Die Wicklungen werden mehrfach mit siliziumorganischen Lacken getränkt (Type IF-3).
6. Die Wicklungen werden mit siliziumorganischen pigmentierten Emaillien bedeckt (PK 14 oder PK 15).

3. Rotoren der Turbogeneratoren.

Die Isolation der Rotoren wird mit sehr starken mechanischen Kräften und mit sehr hohen Temperaturen während des Betriebes beansprucht (das Einlegen, das Einpressen und Ansteigen der Rotoren). Wesentliche Steigerung der Isolationssicherheit der Rotoren der Turbogeneratoren kann bei der Anwendung siliziumorganischer Werkstoffe, die praktisch ihre Ursprungsdaten der mechanischen Festigkeit unter der dauernden Erwärmung nicht verringern, erreicht werden. Um die glasfasrigen Materialien gegen die mechanischen Einwirkungen, die während des Betriebes die Rotorisolation beeinflussen, stabil zu machen, ist es notwendig, die Wicklungen mit chemischen Beständen zu durchtränken, die plastische Eigenschaften der Isolation während des Betriebes erhalten. Solche Tränkmischungen sind die siliziumorganischen Lacke.

Diese Festlegungen wurden aufgrund der während des Betriebes der Rotoren der Turbogeneratoren mit siliziumorganischer Isolation ausgeführten Versuche bestätigt. Für die neue wärmebeständige Isolation ist folgendes gekennzeichnet:

1. Für die Wicklungsisolation der Rotoranwicklungen wird eine spezielle Sorte der Mikanitzwischenlagen auf Basis der Lacke K 40 zusammen mit klebrigem Glasband

POOR ORIGINAL

auf Basis der Lacke EF 5 verwendet.

2. Für die Wicklungsisolation und Isolation der Stirnfläche wird ferner wärmebeständiges Glasmikoband auf der Basis Poliorganosiloksanlack E 5 angewandt.
3. Für die Rotorbuchsen wird wärmebeständiges Formmikanit auf der Basis Poliorganosiloksanlack K-40 verwendet.
4. Für die Mutenzwischenlagen wird wärmebeständige Mikatnizwischenlagen auf Basis der Lacke K 40 verwandt.
5. Für die Stützen in den Stirnteilen der Wicklungen wird wärmebeständiges und mechanisch stabiles Glasstekstolit verwendet.
6. Für die Unterbandagenisolation werden die Segmente aus Tekstolit verwendet.

In den letzten Jahren wurden diese Isolationstypen für die Rotoren der Hochleistungsturbogeneratoren (bis 550 kwt) verwendet.

4. Zugmotoren.

Während des Betriebes der Zugmotoren wird die Isolation durch erhöhte Erwärmung in folgenden anderen Betriebsverhältnissen beansprucht: (Öfterer Anlauf und die Erzeugung zeitweilig sehr hoher Drehmomente). Diese Betriebsverhältnisse werden weiter durch die beschränkten Abmessungen, großen mechanischen Beanspruchungen, Feuchtigkeit und elektrischer Überspannungen erschwert. Daher werden an die für die Isolation der Zugmotoren verwendeten Werkstoffe besonders erhöhte Forderungen in Bezug auf Wärmebeständigkeit, mechanische Festigkeit, Feuchtigkeitsbeständigkeit und elektrische Kenndaten gestellt. Bei der Anwendung für die Isolation der Zugmotoren der Isolation Kl. B, die neben dem wärmebeständigen Glimmer auch die Zellfasernwerkstoffe (Papierunterlagen, Mikoband und Flexibelmikanitan) wie

POOR ORIGINAL

8.

auch die organischen Tränk- und Deckmischungen enthält; in dem organischen Teil dieser Isolation bei der erhöhten Temperatur die bis $145 - 165^{\circ}$ erreicht werden kann, entstehen die thermo-oxidierenden Prozesse, die die Isolation gefährden können. Dabei werden die mechanischen und elektrischen Kenndaten und Feuchtigkeitsbeständigkeit wesentlich verschlechtert, was zur Verschlechterung der Isolation und vorfristigen Ausfall der Motoren führt.

Die Betriebssicherheit und Lebensdauer der Zugmotoren kann bei der Anwendung der Isolation mit siliziumorganischen Stoffen erreicht werden.

Bei der Verwendung dieser Materialien läßt sich nicht nur die Betriebssicherheit und Lebensdauer verbessern, sondern auch die Leistungen können bei derselben Abmessung der Maschinen erhöht werden.

Zum Beispiel die Anwendung der siliziumorganischen Isolation für die Generatoren und Zugmotoren der Diesellokomotiven ermöglicht die Zugkraft derselben um 60 % zu steigern.

Die Anwendung der siliziumorganischen Isolation der Zugmotoren der magistrallokomotoren bei der Spannung 3000 V ermöglicht die Leistung derselben um 33 % zu erhöhen, wobei die Kommutation derselben noch ganz befriedigend bleibt.

Daher findet immer größere Anwendung siliziumorganische Isolation bei den Zugmotoren und bei der Projektierung der neuen Typen der Zug- und Kranmotoren wird die Verwendung dieser Isolation zu Grunde gelegt.

5. Hochspannungswechselstrommotoren.

Die Wärmebeständigkeit der Mikoband Kompound-Isolation ist durch die niedrige Wärmebeständigkeit des Bitumenkompounds sowie auch der Bitumenolllacke Type 441 N, der Papierunterlagen

POOR ORIGINAL

9.

und des Mikobandes beschränkt.

Die Erhöhung der Betriebstemperen bei Mikobandkomponentierte Isolation wird auch durch den starken Anwuchs des Tangens des Dielektrischen Verlustwinkels und durch Verringerung der elektrischen Festigkeit bei Temperaturen über 100°C limitiert. Dabei wird die Verringerung der elektrischen Festigkeit der Mikobandisolation mit Erhöhung der Temperatur durch das Anwachsen der Dielektrischen Verluste in den organischen Zwischenlagen bedingt. Eine wesentliche Erhöhung der Wärmebeständigkeit der Hochspannungsisolation kann bei der Verwendung der siliziumorganischen Lacke und Compunden erreicht werden.

Versuchsdaten der Abhängigkeit des Tangens und des Winkels der dielektrischen Verluste von Temperatur der siliziumorganischen und mikobandkomponentierten Isolationen in einer Statorsektion des Motors bei der Arbeitsspannung 6 Kb beweisen, daß bei der siliziumorganischen Isolation die scharfe Vergrößerung des $\text{tg } S$ bis 200°C nicht beobachtet wird, während bei der Sektion mit Mikobandcompound Isolation $\text{tg } S$ schon bei Temperaturen von 100°C stark anwächst.

Der Widerstand und $\text{tg } S$ des Dielektrischen Verlustwinkels der siliziumorganischen Isolation ändert sich nicht bei der zyklischen Einwirkung der Erwärmung (-200°C) und der starken Feuchtigkeit.

Siliziumorganische Isolation weist höhere Korona-beständigkeit im Vergleich zu verwendbare Isolation auf Basis der Bitumenollacke auf. Das beweist die große Möglichkeit der Ausnutzung der siliziumorganischen Isolation bei dem Bau der Hochspannungsmaschinen.

POOR ORIGINAL

10.

Eigenartigkeiten bei der Verwendung der
siliziumorganischen Isolation im Elektro-
maschinenbau.

Die Anwendung der siliziumorganischen Werkstoffe für die Isolation der elektrischen Maschinen ergibt einige Eigenartigkeiten, die auch zu berücksichtigen sind.

1. Bis heute ist noch nicht der wärmebeständige Werkstoff entwickelt, der vollwertig als Ersatz für die Elektropappe dienen könnte und solche Eigenschaften, wie Biegsamkeit, hohe mechanische Festigkeit und hohe elektrische Kenndaten hat. Daher muß man bei dem Übergang auf die Anwendung der siliziumorganischen Isolation die Elektropappe durch siliziumorganische Glaslackgewebe von verschiedenen Härtegraden ersetzen.

Bei der Verwendung der siliziumorganischen Lacke und pigmentierten Emaillien für das Tränken und lackieren der elektrischen Motoren ist erforderlich, die Trockentemperatur zum Trocknen der getränkten und lackierten Teile stark zu erhöhen. Die technologisch empfohlenen Temperaturen für das Trocknen der durchgetränkten oder lackierten siliziumorganischen Isolation liegen im Bereich von 180° - 200° .

Bei der Durchführung des technologischen Prozesses ist das Vortrocknen mit der Luft vorgesehen und das weitere Trocknen erfolgt bei 110 - 120° für die allmähliche Entfernung des Verdünners und der flüchtigen Bestandteile. Dementsprechend sollen die Tränkeinrichtungen der Isolationswerkstätten mit elektrischen Ofen ausgerüstet werden unter Beachtung aller Vorschriften in Bezug auf Feuer und Explosionssicherheit.

Die meisten harten siliziumorganischen Werkstoffe werden auf Basis der Glasfasern hergestellt. Bei der Anwendung dieser Werkstoffe für Isolation der Wicklung der elektrischen Maschinen ist die erhöhte Sprödigkeit und verhältnismäßig schlechte

POOR ORIGINAL

11.

Festigkeit in ungetränktem Zustande zu beachten. Daher sind die Werkstoffe während der Isolierung von der mechanischen Schlägen, Verschleißbeanspruchungen, scharfen Biegungen durch die Anwendung der provisorischen Schutzzwischenlagen zu schützen, ebenso wird empfohlen, die Vortränkung in siliziumorganischen Lacken. Die Glasbänder und die Glasumspinnung der Leitungen mit Isolation aus siliziumorganischem Gummi sollen unbedingt in getränktem Zustande Verwendung finden.

Schlußfolgerungen.

Die Versuchsergebnisse über die Anwendung der siliziumorganischen Isolation sowie auch die große Erfahrung bei dem Betriebe der elektrischen Maschinen mit siliziumorganischer Isolation lassen folgende Schlüsse festlegen:

1. Die siliziumorganische Isolation hält den hohen Stand der Dielektrischen Kenndaten bei Temperaturen bis 200° C ein.
2. Bei der dauernden Einwirkung der erhöhten Erwärmungen auf die siliziumorganische Isolation (180 - 200°) behält dieselbe die mechanischen und dielektrischen Kenndaten auf der Höhe, die den sicheren Betrieb der elektrischen Einrichtungen bei den schwersten Betriebsverhältnissen gewährleistet.
3. Die siliziumorganische Isolation weist die hohe Feuchtigkeit und Wasserbeständigkeit sowie im Ausgangszustand, als auch nach den dauernden Einwirkungen der erhöhten Erwärmung (180 - 200°) auf.
4. Bei der siliziumorganischen Isolation sind die dauernde Erwärmung bis 180° und die kurze Erwärmung 230 - 250° C zulässig.
5. Die siliziumorganische Isolation hat verhältnismäßig hohe Feuerfestigkeit, Lichtbogenfestigkeit und Koronafestigkeit.
6. Bei der Verwendung der siliziumorganischen Isolation der

POOR ORIGINAL

12.

elektrischen Maschinen läßt sich:

- a) die Betriebssicherheit und Lebensdauer der elektrischen Maschinen in den allerachwersten Betriebsbedingungen wesentlich erhöhen,
- b) die Abmessungen und spezifischen Gewichte der elektrischen Maschinen verringern.

7. Unter Berücksichtigung des hohen Wertes der siliziumorganischen Isolation soll man dieselbe an erster Stelle nur bei solchen elektrischen Maschinen verwenden, wo die Anwendung dieser Isolation den technischen wirtschaftlichen Effekt ergibt. (Kohlen-, Hüttenindustrie, elektrifizierter Transport usw.).
8. Die Grundforderungen, die an siliziumorganische Isolierwerkstoffe bei der Verwendung in der Starkstrom-Elektroindustrie gestellt werden:
 - a) Hohe elektrische Eigenschaften, die bei der Erwärmung bis 200° sich wenig ändern.
 - b) Hohe Festigkeit und Wasserbeständigkeit, die auch bei dauernder Erwärmung bei 180° C unverändert bleibt.
 - c) Gute mechanische Festigkeit, die auch bei der dauernden thermischen Alterung bei 180 - 200° C einbehalten wird.
 - d) Kerne und Lichtbogenfestigkeit für die Hochspannungs-isolation.
 - e) Die gute technologische Bearbeitung.
 - g) Bei der weiteren Entwicklung der siliziumorganischen Isolation soll noch weiter erreicht werden:
 - a) Die Kürzung der Dauer und Verringerung der Temperatur bei dem Trocknen der siliziumorganischen Lacke (110 - 120° C)
 - b) Die Herstellung der warmehaltenden und luftgetrockneten

POOR ORIGINAL

13.

Pigmentierungsdeckemaillien.

- c) Die Erhöhung der mechanischen Festigkeit und der siliziumorganischen Harze, Lacke und Emaillien für die emaillierten Leitungen.
- d) Die Senkung der Kosten.
- e) Die weitere Erhöhung der Wärmefestigkeit (über 180° C).

POOR ORIGINAL

14.

Literatur.

- 1) W.I. Kalitwjanski Die allgemeine Gleichmäßigkeit der thermischen Alterung der Polymeren der elektrischen Zeitschrift der Elektrizität 1955 No. 3 S 57 - 62.
- 2) dto. und A.W. Kowalskij Lebensdauer der Isolationsarten der elektrischen Maschinen, Zeitschrift der Elektriker 1955 No. 10, S 40 - 44.
- 3) K.A. Andjanow Z.I. Kalitwjak Die Anwendung der siliziumorganischen Isolation der elektrischen Maschinen Zeitschrift der Elektriker 1955 No. 4, S 62 - 68.
- 4) W.I. Kalitr. und Kowalski Die Steigerung der Betriebssicherheit und Wärmefestigkeit der Isolation und Grubenschachtmotoren. Zeitschrift: Nachrichten der Elektroindustrie 1955 No. 6, S 9 - 15.
- 5) F.F. Ortscharow und Petrakow Wärmebeständige Isolation für die Rotorwicklungen der großen Turbogeneratoren Zeitschrift: Elektrische Station 1955.

POOR ORIGINAL

32

50X1-HUM

(6)

Zustand und Entwicklung der Herstellung
silikoorganischer Verbindungen in der UdSSR

K.A. Adrianow

Ministerium für Elektroindustrie der UdSSR

Silikoorganische Verbindungen kennt man schon über 100 Jahre. Die ersten Verbindungen wurden bereits 1844 synthetisch hergestellt und heute beträgt die Zahl einzelner Repräsentanten silikoorganischer Verbindungen einige Tausend und erhöht sich mit jedem Jahr. Doch waren diese Verbindungen früher nur von theoretischem Interesse und wurden hauptsächlich zum Vergleichen derselben mit Kohlenstoffverbindungen erforscht. Nachdem vor 20 Jahren durch sowjetische Wissenschaftler Methoden für die Synthese polymerisierter silikoorganischer Verbindungen "organische Polysiloxane" ausgearbeitet wurden, erlangten silikoorganische Verbindungen auch praktisches Interesse. Bei organischen Polysiloxanen entdeckte man äußerst interessante technische Eigenschaften, die die Aufmerksamkeit der Chemiker verschiedener Länder der Welt auf sich lenkten.

Gegenwärtig wird der Synthese verschiedener silikoorganischer Verbindungen große Aufmerksamkeit geschenkt und es ist bereits eine bedeutende Zahl von Repräsentanten dieser Verbindungen, die im Großen hergestellt werden, zu verzeichnen.

Z.Zt. befinden sich Syntesenentwicklung und Verwendung von silikoorganischen Verbindungen noch im Anfangsstadium. Es steht noch eine große Arbeit bevor, die zur Entdeckung neuer Eigenschaften der organischen Polysiloxane führen wird, die Zahl der für die Industrie wertvollen Repräsentanten würde sich erhöhen und es wird gelingen, andere Klassen silikoorganischer Polymere herzustellen.

I. Niedermolekularverbindungen

Monomerisierte silikoorganische Verbindungen finden als solche nicht in der Praxis keine Verwendung, sondern dienen als Quelle für die Herstellung polymerisierter Produkte, die einen großen technischen Wert haben. 50X1-HUM

Zum Zwecke einer industriemäßigen Gewinnung polymerisierter Produkte werden bei uns Verbindungen folgender zwei Klassen hergestellt:

POOR ORIGINAL

- 2 -

1) Alkyl (Aryl) Chlorsilane der allgemeinen Formel.

Von dieser Klasse werden folgende Verbindungen produziert:

- a) Methylchlorsilan, b) Dimethyldichlorsilan, c) Trimethylchlorsilan,
d) Methyldichlorsilan, e) Phenyltrichlorsilan, f) Äthyltrichlorsilan,
g) Diäthylchlorosilan, h) Triäthylchlorsilan, i) Äthylchlorosilan.

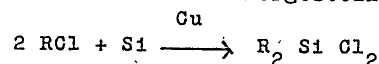
2) Alkyl (Aryl) Alkoxisilane der allgemeinen Formel.

Von dieser Klasse werden produziert:

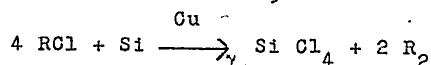
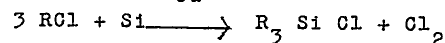
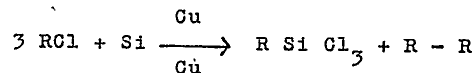
- a) Äthyltriätoxilan, b) Diätyldiätoxilan, c) Triätylätoxilan, d) Äthyldiätoxilan, e) Phenyltriätoxilan.

3) Siliziumtetrachlorid und Tetraätoxilan.

Die Verbindungen (Punkt 1) werden durch Einwirkung von Chlormethyl oder Chloräthyl, oder aber Chlorbenzol auf die Legierung Silizium-Kupfer nach Reaktionsschema hergestellt.

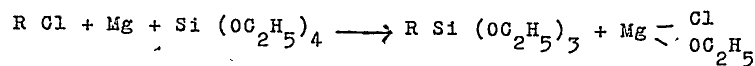


Gleichzeitig verläuft die Reaktion



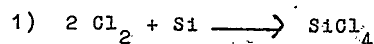
wo $\text{R} = \text{CH}_3 -$, $\text{C}_2\text{H}_5 -$, $\text{C}_6\text{H}_5 -$

Die Verbindungen (Punkt 2) werden durch Einwirkung von Chloräthyl oder Chlorbenzol auf Magnesium und nach folgender Reaktion hergestellt:



wo $\text{R} = \text{C}_2\text{H}_5 -$, $\text{C}_6\text{H}_5 -$

Die Verbindungen (Punkt 3) erhält man folgendermaßen:



Es werden Forschungsarbeiten hinsichtlich anderer monomerisierter Siliko-organischer Verbindungen zwecks Verwendung derselben für die Synthese polymerisierter Stoffe durchgeführt.

Davon sind zu erwähnen: Diphenyldichlorsilan, Vinyltrichlorsilan, Methylvinyldichlorsilan.

- 3 -

POOR ORIGINAL

13

II. Hochmolekulare Silikoorganische Verbindungen

Es ist bekannt, daß heute die Produktion synthetischer hochmolekularer organischer Verbindungen im Großen erfolgt. Es genügt zu erwähnen, daß die Weltproduktion von Hochmolekularverbindungen bereits mehrere Millionen Tonnen erreicht hat. Folglich mußte man viele ~~der~~ organische Polymere, ~~die~~ die im Großen hergestellt werden, noch weiter entwickeln und auf diese Weise den Bedarf der Volkswirtschaft an polymerisierten Stoffen decken. Doch es erwies sich, daß trotz der guten Eigenschaften vieler organischer Polymere alle (mit Ausnahme von Teflon) über eine ungenügende Wärmebeständigkeit verfügten und nicht lange bei Temperaturen über 15° arbeiten können.

Organische Polymere verbrennen bei hohen Temperaturen schnell. Die Aufgabe, Polymere mit guter Wärmebeständigkeit zu schaffen, war eine der Ursachen, die zur Entwicklung silikoorganischer Polymere führte. Nachher stellte es sich heraus, daß sie sich von organischen Verbindungen dadurch unterscheiden, daß sie nicht nur hitzebeständiger sind, d.h. bei höheren ~~Temper~~ Plus-temperaturen, als organische Polymere, arbeiten können, sondern auch niedere Temperaturen gut ertragen. Und so verfügen sie über Eigenschaften, die sich von denen der polymerisierten organischen Verbindungen unterscheiden, die ihre Verwendung in der Technik in einem weiten Temperaturbereich gestatten. So ist es z.B. nicht schwer, organische flüssige Ziliziumöle mit einer Gefrieretemperatur von minus 120° herzustellen. Bekanntlich gelingt es nicht, organische Öle mit einer solchen Gefrieretemperatur zu ~~herzustellen~~ erzielen.

Die hohe Stabilität polymerisierter silikoorganischer Stoffe im weiten Temperaturbereich bestimmt ja in der Chemie ihren selbstständigen Wert als hochmolekulare Verbindungen. Sie sind erforderlich zur Schaffung neuer, bei schweren Betriebsverhältnissen sicher arbeitender, elektrischer Maschinen, Apparate, Transformatoren, Flugzeugmotore, Vakuumanlagen, elektr. Kabel, Leitungen, zur Herstellung von Schmiermitteln, Wärmeträgern, zur Entwicklung von Präzisionsguß für Metalle u.s.w.

Von den polymerisierten silikoorganischen Verbindungen fanden in der Technik vorerst nur organische Polysiloxane Verwendung. Andere polymerisierte Stoffe sind noch wenig erforscht und werden nur in begrenzter Zahl synthetisch hergestellt.

Organische Polysiloxane unterscheiden sich von polymerisierten organischen Verbindungen durch Aufbau und Zusammensetzung der Molekülketten, wodurch ihre Verschiedenheit von ~~einigen~~ gewissen Eigenschaften organischer Polymere bestimmt wird. Organische Polymere haben einen verschiedenartigen Aufbau der

POOR ORIGINAL

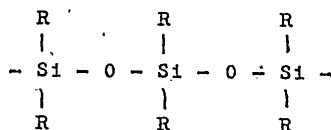
- 4 -

der Molekülketten, doch können sie alle auf einige prinzipiellen Typen zurückgeführt werden, und zwar:

-C-C-C- ; -C-C-C- ; -C- -C- ; -C- -C- ; u.s.w.

Andere Valenzen bei Kohlenstoff sind durch Atomgruppen oder Atome ausgeglichen: H, OH, CH₃, -CH₂, -Br, Cl, F, NH₂, C₆H₅ u.s.w.

Organische Polysiloxane unterscheiden sich ^{im} Aufbau ihrer Molekülketten stark von organischen Polymeren. Ihre Molekülketten sind aus Silizium- und Sauerstoffatomen gebildet.



Andere Valenzen sind bei Silizium auf Kosten organischer Gruppen ausgeglichen.

Folglich unterscheiden sich silikorganische Polymere in der Kettenstruktur ihrer Moleküle stark von den organischen und in ihrer chemischen Zusammensetzung sind die Molekülketten analog dem Quarzmolekül. Die Struktur des Quarzes ähnelt der Molekülstruktur der organischen Polysiloxane. Ein Unterschied besteht darin, daß bei Quarz jedes Siliziumatom mit vier Sauerstoffatomen verbunden ist, das Molekül hat eine räumliche harte Struktur und deswegen ist Quarz ein zerbrechlicher Stoff. In organischen Polysiloxanen sind nur zwei oder drei Siliziumvalenzen mit Sauerstoff verbunden und die anderen Siliziumvalenzen mit einem organischen Radikal, Aus diesem Grunde haben die Moleküle einen fadenartigen Aufbau, oder aber sie können einen netzartigen und sogar einen räumlichen Aufbau erlangen. Folglich nehmen organische Polysiloxane in der Struktur ihrer Molekülketten eine Zwischenstellung zwischen Quarz - einer rein unorganischen Verbindung - und organischen Verbindungen ein.

Auf welche Weise entstehen die organische Polysiloxane?

Z.zt. kommen die grundsätzlichen Methoden aufs gleiche hinaus, wie die einfachen chemischen Umwandlungen, die auf Schema Abb.1 dargestellt sind.

Durch Veränderung der Zusammensetzung und der Zahl der Radikale bei Silizium und deren Aufbau, durch Veränderung der Kettenlänge polymerisierter Moleküle, sowie deren Koinzidenz mit organischen Polymeren, kann man ihre Eigenschaften in sehr großem Umfange variieren. Es werden Lacke

- 5 -

POOR ORIGINAL

- 5 -

hergestellt: EF-1, EF-3, EF-5 auf der Basis Phenyläthylensiloxan-Harzen und K-41, K-43, K-44, K-47, K-50, K-71 auf der Basis Phenylmethylsiloxan-Harzen. Diese Lacke finden Verwendung bei Herstellung von elektr. Isolationen und Leitungsisolationen, sowie bei Herstellung von Glastextolith und Kunststoffen (Galalith). Die Wärmebeständigkeit, ermittelt nach Thermoelastizität und Gewichtsverlust, ist aus Tab. 1 und 2 zu ersehen.

Es werden hitzebeständige Lacke als Korrosionsschutz für Metalle auf der Basis Polyphenylsiloxan-Harz hergestellt, z.B. Lack FG-9. Ein Überstreichen mit diesem Lack schützt Metalle vor Korrosion bis zu 550°. ~~ANXHEBEN~~
~~xxx~~ Eine bedeutende Rolle spielt dabei die Herstellung von Polydimethylsiloxan-Kautschuk STK, der für Leitungs- und Kabelisolationen, sowie für verschiedenartige Schlauchdichtungen und andere Zwecke verwendet wird. Eine große Auswahl flüssiger Polymere wird zur Deckung unseres Industriebedarfs hergestellt. Ich erwähne einige dieser Polymere:

Tab I Seite 9
 Tab II Seite 10

Fl ü ß i g k e i t e n O K B sind Gemische von Polysiloxanflüssigkeiten mit gereinigten schweren Mineralölen und werden zur Schmierung von Geräte-lagern und Reibungsknoten, die bei einer Temperatur bis minus 70°C arbeiten, verwendet, sowie zur Herstellung von konsistenten Niedertemperaturfetten.

Fl ü ß i g k e i t B P S wird als hydraulische Flüssigkeit benutzt, die ihre Viskosität mit der Temperatur wenig verändert. Außerdem wird sie als Schmiermittel oder als Schmiermittelgrundlage für Arbeiten bei niedriger Temperatur verwendet.

Fl ü ß i g k e i t e n Nr. 1, 2, 3, 4, 5 sind Produkte, deren Viskosität sich von 2 bis 1000 ~~Centi-Poise~~ verändert. Nr. 1 - 4 sind flüchtige Stoffe (Siedepunkt von 80 bis 250° bei 1 mm Quecksilbersäule). Flüssigkeit Nr. 5 ist nicht flüchtig. Die Flüssigkeit Nr. 3 wird als Wärmeträger verwendet und ist widerstandsfähig bei Dauerbetrieb bei 350°C (außer Kontakt der erhitzten Flüssigkeit mit Luft). Die Flüssigkeit Nr. 5, die als Schmiermittel Verwendung findet, dient gegenwärtig auch zur Herstellung von Emulsionen (EKSh), welche ein Ankleben des Gummis an der Form beim Pressen verhindern, sowie für die Herstellung von Guß nach dem "Schalenform"-Verfahren.

Fl ü ß i g k e i t K R P ist ein zähflüssiges Zementierprodukt (Viskosität 2400 - 15000 ^{CP}) und dient zum Schmieren von Isolatoren und zur Herstellung von dichthaltenden Bestandteilen, die eine Temperatur bis zu 250° aushalten und sich durch ~~xxxxxxx~~ hohe Lichtbogen- und Funkenfestigkeit auszeichnen.

- 6 -

FOUR ORIGINAL

- 6 -

Schmiermittel Nr. 6 mit einer Viskosität von 200 - 275 cP ist für die Schmierung von Pneumosystemen und für Arbeiten in Verbindung mit frostbeständigen Gummisorten bestimmt.

Kalorie - 2 ist eine Elektroisulationsflüssigkeit für den Verguß von Kondensatoren und anderer Apparaturen. Sie zeichnet sich durch hohe dielektrische Werte aus (Tangente der Winkelverluste ca 0,0002 - 0,0003, spezifischer Volumenwiderstand $1 \cdot 10^{14}$ Ohm/cm), sowie durch äußerst geringe Abhängigkeit dieser Werte von Frequenz und Temperatur im Bereich minus 60 - plus 100°C.

Silikoorganische Vakuumflüssigkeit WKSh dient als Betriebsflüssigkeit für Öldampfpumpen, gewährleistet ein Vakuum bis $1 \cdot 10^{-6}$ mm Quecksilbersäule und zeichnet sich durch hohe Widerstandsfähigkeit gegen periodisches Einlassen von Luft während der Pumpenarbeit aus.

Eingeführt wurde die Herstellung einer neuen silikoorganischen Flüssigkeit (GKSh), die in erster Linie dazu dient, um verschiedene Materialien wasserabweisend zu machen.

Die Herstellung silikoorganischer Verbindungen entwickelte sich folgendermaßen:

Von 1945 bis 1947 - unbedeutend, seit 1948 - bedeutendes Anwachsen. Angenommen, im Jahre 1948 - 100 %, so erzielte man 1949 - 147 %, 1955 - 1330 %, 1956 - 2500 %. 1955 sanken die Preise im Vergleich zu 1948 ca um das 3-fache.

Aus der Gesamtproduktion silikoorganischer Verbindungen kommen auf Elektroisolationen nur ca 15 %. In großem Umfange werden Polymere für Präzisionsguß, für hitzebeständige Antikorrosionslackierungen verwendet, sowie flüssige Polymere für verschiedene Zwecke. Den technisch-wirtschaftlichen Wirkungsgrad infolge Verwendung von silikoorganischen Verbindungen kann man an folgenden Beispielen sehen:

Beim Gießen verschiedener Teile nach dem Präzisionsverfahren aus 500000 t Metall erzielt man eine Einsparung von 15000 t Metall, wobei ca 5000 Werkbänke und 20000 Arbeiter frei werden.

Die Verwendung silikoorganischer Polymere für Isolation der Motore bei Mähmaschinen und Schrammmaschinen führt in ^{der} Kohlenindustrie zu einer 3 - 4-fachen Verlängerung der Motorenlebensdauer, was eine jährliche Einsparung von ca 65000000 Rubel zur Folge hat.

- 7 -

POOR ORIGINAL

- 7 -

Gegenwärtig werden silikoorganische Polymere für folgende Zwecke verwendet:

- 1) Wasserabweisend machen von Papier, Glas, Keramiken u.s.w.
- 2) Niedertemperatur- und wärmebeständige Flüssigkeiten, sowie hydraulische Flüssigkeiten.
- 3) Flüssige Antischaumzusätze zu Naphtaölen.
- 4) Flüssigkeiten für Diffusionspumpen.
- 5) Wärmebeständige Flüssigkeiten für Kondensatoren.
- 6) Flüssigkeiten für Dämpfereinrichtungen der Oszillographe, für Geräte mit Betriebstemperaturen von $-60 + 100^{\circ}$.
- 7) Flüssigkeiten für Wärmeträger und zur Schmierung von Metallgußformen.
- 8) Wärmebeständige Harze und Lacke zum Schutz der Metalle gegen Korrosion mit Betriebstemperaturen bis zu 580° .
- 9) Wärmebeständige Harze und Lacke für Elektroisolation mit Betriebstemperatur $180 - 200^{\circ}\text{C}$.
- 10) Wärmebeständige Kautschuksorten mit hoher Betriebstemperatur für Kabel, für Dichtungsscheiben der Quecksilberdampf-Gleichrichter und verschiedener Motore, zur Isolation von Leitungen und wärmebeständiger Schläuche u.s.w.
- 11) Wärmebeständige Imprägnierungs- und Vergußverbundmaschinen.
- 12) Gegen Ozon- und Koronaerscheinung widerstandsfähige Materiale.
- 13) Zum Erzielen wärmebeständiger Gußhäute im Präzisionsverfahren gegossener Erzeugnisse aus beliebigen Metallen, insbesondere harter und schwerschmelzender Legierungen.

Auf dem Gebiet der Synthese befinden wir uns hinsichtlich Erforschung der Eigenschaften und Verwendung von silikoorganischen Polymeren noch im Anfangsstadium der Entwicklung dieses interessanten Abschnitts der Chemie. Unsere Kenntnisse und Erfahrungen auf diesem Gebiete beschränken sich auf eine 20jährige Geschichte. Sie stützen sich vorerst nur auf 30 - 40 z.Zt. bekannte silikoorganische polymerisierte Stoffe. Ohne Zweifel ist die Zeit nicht mehr fern, wo die Zahl technisch wertvoller silikoorganischer Polymere stark anwachsen wird und unsere Volkswirtschaft auf deren Grundlage Material erhalten wird. Man darf nicht vergessen, daß alle z.Zt. verwendbaren silikoorganische polymerisierte Verbindungen Moleküle enthalten, deren Ketten nur aus Silizium- und Sauerstoffatomen aufgebaut sind. Schon jetzt haben wir es gelernt, Polymere in Laboratorien synthetisch herzustellen, wobei die Molekülketten aus Silizium, Sauerstoff und Aluminium;

- 8 -

POOR ORIGINAL

- 8 -

Silizium, Sauerstoff und Titan; Silizium, Sauerstoff und Magnesium;
Silizium, Sauerstoff und Zinn;; Silizium, Sauerstoff und Chrom;
Silizium, Sauerstoff und Bor aufgebaut sind, was diese Verbindungen
den Silikaten näher bringt.

Diese Polymere werden es gestatten, Unterschiede in den Eigenschaften,
die vorläufig noch zwischen organischen hochpolymerisierten Verbindungen
und unorganischen Silikatstoffen bestehen, zu verringern. Man muß ent-
schlossener in das wenig erforschte Gebiet, das zwischen organischer
und unorganischer Chemie liegt, eindringen, da man auf diesem Gebiet
neue Stoffe entdecken kann, die über Eigenschaften verfügen, welche
auf der Grundlage einer Synthese organischer Polymere oder rein unorga-
nischer Stoffe nicht zu erzielen sind.

POOR ORIGINAL

- 9 -

Tabelle I

Thermoelastizität von Filmen der Polymere:

Lfd. Nr.	Polymere Verbdg.	Thermoelastizität		
		in Stunden	bei Grad C	
		180	200	220
I	2	3	4	5
1.	Dimethyl - Phenyl - Silikon Modifizierung K 48	2000	700	150
2.	Desgleichen Nichtmodifiziert	900	310	80
3.	Methyl - Dimethyl - Phenyl-Silikon Modifizierung	910	300	60
4.	Desgl. Nichtmodifiziert	300	70	20
5.	Diaethyl - Phenyl - Silikon EF-5	150	40	10
6.	Äthyl - Phenyl - Silikon EF - 3	65	16	5
7.	Polyvinyl - Formaläthylal modifiziert (Vinoflex)	8	2	0
8.	Anilido - Formaldehyd AF - 19	6	I	0
9.	Öl - Glyphthal PER	4	0	0
10.	Öl - Bitumen 447	3	0	0
11.	Fettsäuremodifizierter Polyaether	12	3	0
12.	Glykol - Gebacin - Polyaether	20	6	0
13.	Polytrifluorchloraethylen (Fluorplast Nr. 3)	120	70	-
14.	Polytetrafluoraethylen (Fluorplast Nr. 4)	-	-	600

POOR ORIGINAL

- 10 -

Tabelle II

Thermostabilität der Polymere bei thermooxydativer Destruktion.

lfd.Nr.	Polymere Verbindung	Gewichtsverlust nach 24 Std. in % bei Grad C			
		250	350	400	450
1	2	3	3	5	6
1	siehe Tabelle I	17,7	33,3	48,0	-
2.	Nichtmodifiziert	7,2	22,8	36,0	44,7
3.	Methyl-Dimethyl-Phenyl-Silikon Modifizierung K 47	20,3	35,8	45,0	-
4.	wie 3 Nichtmodifiziert	3,8	10,7	27,5	43,5
5.	Diaethyl-Phenyl-Silikon EF - 5	8,3	30,2	38,0	-
6.	Polyvinyl - Formalacethylal modifiziert	59,7	94,5	-	-
7.	Polytrifluorchloraethylen	4,6	98,9	-	-
8.	Polytetrafluoraethylen	1,3	2,1	2,5	45,7
9.	Capron	55,5	94,3	-	-
10.	Polymethyl-Siloxan	2,8	7,0	-	13,0
11.	Polydimethyl-Siloxan	4,0	34,0	-	-
12.	Polyphenyl-Siloxan	2,0	3,0	8,5	51,5
13.	Polystyrol	65,6	98,5	-	-
14.	Glyphthal modifiziert Nr. 1350	93,4	99,0	-	-
15.	Epoxy - Diphenyl - Propan	22,7	93,1	-	-
16.	Glykol-Maleinsäure - Polyester	20,5	68,7	-	-
17.	Resorcin Glycerid	21,8	59,5	-	-
18.	Polyaethylenterephthalat (Lawsan)	7,5	91,2	-	-
19.	Phenol-Formaldehyd-Resol	5,3	68,0	-	-
20.	Naturkautschuk	4,4	90,4	-	-
21.	Nitril-Kautschuk	9,35	72,0	-	-

COOR ORIGINAL

50X1-HUM

6

ОПЫТНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ В СССР
СОСТОЯНИЕ И РАЗВИТИЕ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

А.А. ВОЛНОВИЧ
ПРОМЫШЛЕННОСТЬ СССР
ИСТОРИЯ И СОВРЕМЕННОСТЬ

50X1-HUM

POOR ORIGINAL

Кремнийорганические соединения известны более 100 лет тому назад. Первые соединения были синтезированы в 1844 году, и сейчас число отдельных представителей кремнийорганических составляет несколько тысяч и с каждым годом увеличивается. Однако раньше кремнийорганические соединения представляли только теоретический интерес и изучались, главным образом, с целью сравнения их с соединениями углерода. Только после того, как два десятка лет тому назад советскими учеными были разработаны методы синтеза полимерных кремнийорганических соединений "Полиорганосилоксанов", кремнийорганические соединения приобрели практический интерес. У полиорганосилоксанов были выявлены весьма интересные технические свойства, которые и привлекли внимание к себе химиков различных стран мира.

В настоящее время синтезу различных кремнийорганических соединений уделяется большое внимание, и уже имеется значительное число представителей этих соединений, которые выпускаются в промышленном масштабе.

В настоящее время развитие синтеза и применения кремнийорганических соединений находится в начальной стадии. Предстоит еще большая работа, которая позволит выявить новые свойства полиорганосилоксанов, расширить число представителей, ценных для промышленности, а также получить другие классы кремнийорганических полимеров.

POOR ORIGINAL

-2-

I. Низкомолекулярные соединения

Мономерные кремнийорганические соединения как таковые в практических условиях не работают, а служат источником получения полимерных продуктов, имеющих большую техническую ценность.

Для получения полимерных продуктов в промышленных условиях у нас изготавливаются соединения следующих двух классов.

1/ Алкил /арил/ хлорсиланы общей формулы
Из этого класса соединений выпускаются следующие:

а/ метилтрихлорсилан, б/ диметилдихлорсилан/ в/ три-
метилхлорсилан, г/ метилдихлорсилан, е/ фенилтрихлорсилан,
и/ этилтрихлорсилан, к/ диэтилдихлорсилан, л/ триэтилхлор-
силан, м/ этилдихлорсилан.

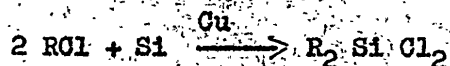
2/ Алкил /арил/ алкоксиланы общей формулы
Из этого класса выпускаются: а/ этилтриэтоксилан,
б/ диэтилдиетоксилан, в/ триэтилоксилан, г/ этил-
диетоксилан, е/ фенилтриэтоксилан.

3/ четыреххлористый кремний и тетраэтоксилан.

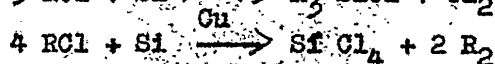
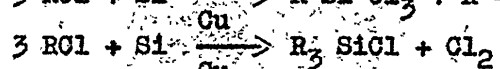
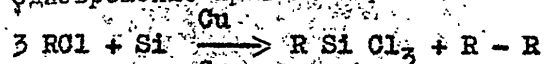
Соединения, указанные в пункте первом, изготавливаются дей-
ствием хлористого метила или хлористого этила или хлорбен-
зола на сплав кремний-медь по схеме реакций

POOR ORIGINAL

-3-

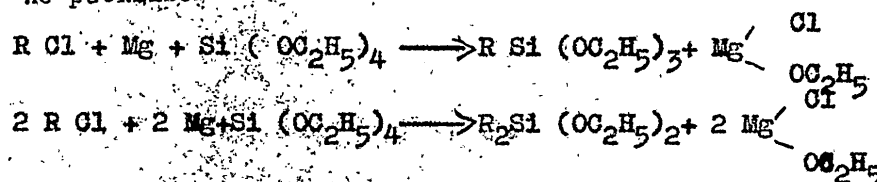


Одновременно протекают реакции



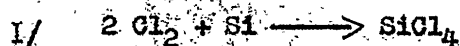
где $R = CH_3$, C_2H_5 , C_6H_5 -

Соединения, указанные во втором пункте, изготавливаются действием хлористого этила или хлорбензола на магнии и по реакции:



где $R = C_2H_5$, C_6H_5

Соединения, указанные в третьем пункте, получают так:



Проводятся работы по изучению других мономерных кремнийорганических соединений с целью использования их для синтеза полимеров.

Среди них следует указать на фенилметилдихлорсилан, дифенилдихлорсилан, винилтрихлорсилан, метилвинилдихлорсилан.

POOR ORIGINAL

-4-

П. Высокомолекулярные кремнийорганические соединения

Известно, что сегодня производство синтетических органических высокомолекулярных соединений достигло больших масштабов. Достаточно сказать, что мировое производство высокомолекулярных соединений достигает уже несколько миллионов тонн. Следовательно, в настоящее время многие из органических полимеров, производящихся в большом масштабе, стоило бы развивать еще больше и, таким образом, удовлетворить потребность народного хозяйства в полимерных веществах. Но оказывается, несмотря на высокие свойства многих органических полимеров, все они /за исключением тефлона/ имеют недостаточную термостойкость и не могут работать длительно при температурах выше 150° .

Органические полимеры при высокой температуре быстро сгорают. Задача создать полимеры с большей термостойкостью и явилась одной из причин появления кремнийорганических полимеров. Впоследствии выяснилось, что они отличаются от органических соединений тем, что не только выдерживают более высокую температуру, то есть могут работать при более высоких плюсовых температурах ^{ли} чем органические полимеры, но спокойно переносят и низкие температуры. Таким образом, они обладают отличными от органических полимерных соединений свойствами, которые позволяют использовать их в технике

COPIED ORIGINAL

-5-

в широком диапазоне температур. Например, получение кремний-органических жидких масел с температурой заморозки минус 120° не представляет никакого труда. Как известно, получить органические масла с такой температурой заморозки не удается.

Высокая стабильность свойств в широком диапазоне температур у кремнийорганических полимеров и определяет их самостоятельное значение в химии высокомолекулярных соединений независимо от органических высокополимерных соединений.

Они нужны для создания новых, надежно работающих в тяжелых условиях эксплуатации: электрических машин, аппаратов, трансформаторов, авиационных двигателей, вакуумных установок, электрических кабелей, проводов, производства смазок, теплоносителей, разливки прецизионного литья для металлов и т.д.

Среди кремнийорганических полимеров соединений нашли применение в технике пока только полиорганосилоксаны, другие полимеры еще мало изучены и синтезированы пока в органическом числе.

Полиорганосилоксаны отличаются от органических полимерных соединений структурой и составом цепей молекул, и этим определяется их отличие от некоторых свойств органических полимеров. Органические полимеры имеют различное строение цепей молекул, но все они могут быть сведены к нескольким принципиальным типам, а именно:

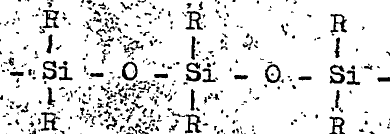
-C-C-C- ; -C-C-C ; -C -C- ; -C -C- ; и т.д.,

POOR ORIGINAL

-6-

другие валентности у углерода компенсированы группами атомов или атомами: H, OH, CH₃, -CH₂ - Br, Cl, F, NH₂, C₆H₅ и т.д.

Полиоргано-силиоксаны имеют резко отличное от органических полимеров строение цепей молекул. Цепи молекул у них построены из атомов кремния и кислорода,



а другие валентности у кремния компенсированы за счет органических групп.

Следовательно, кремнийорганические полимеры резко отличаются от органических по структуре цепей своих молекул, и по своему химическому составу цепи молекул аналогичны молекула кварца. Кварц имеет структуру, аналогичную структуре молекул полиоргано-силиоксанов. Отличие состоит в том, что у кварца каждый атом кремния соединен с четырьмя атомами кислорода, молекула имеет пространственную жесткую структуру. Поэтому кварц - хрупкое вещество. В полиоргано-силиоксанах только две или три валентности кремния связаны с кислородом, а другие валентности кремния связаны с органическим радикалом, и поэтому молекулы имеют нитевидное строение или они могут приобретать сетчатое и даже пространственное строение. Следовательно, полиоргано-силиоксан занимает промежуточное положение по структуре.

POOR ORIGINAL

-7-

своих цепей молекул между кварцем - чисто неорганическим соединением и органическими соединениями.

Как же получается полиорганосилоксаны?

В настоящее время основные методы получения сводятся к следующим простым химическим превращениям, которые показаны на схеме рис. I.

Изменяя состав и число радикалов у кремния и их сочетание, изменяя длину цепи полимерных молекул, а также их совмещение с органическими полимерами, можно чрезвычайно широко варьировать их свойства. Промышленность выпускает лаки ЭФ-1, ЭФ-3, ЭФ-5 на основе фенилэтилсилоксановых смол и лаки К-41, К-43, К-44, К-47, К-71, К-50 на основе фенилметилсилоксановых смол. Эти лаки используются для производства электрической изоляции и изоляции проводов и для пропитки обмоток машин и трансформаторов, а также для производства стеклотекстолита и пластмасс. Теплостойкость, определенная по термоэластичности и потере в весе, представлена в таблицах I и 2.

Выпускаются жаростойкие лаки для защиты металлов от коррозии на основе полифенилсилоксановой смолы лак ФГ-9. Покрытия из этого лака защищают металлы от коррозии до 550°. Значительное место занимает организация выпуска полидиметиланоксанового каучука СТК, который используется для изоляции проводов и кабелей и производства различных

POOR ORIGINAL

-8-

прокладок, шлангов и других назначений. Большой ассортимент жидких полимеров изготавливается для обеспечения потребностей нашей промышленности; некоторые из этих полимеров я назову.

Таблица I.

Термоэластичность пленок полимеров

№ п/п	Полимер	Термоэластичность в часах при °С		
		180	200	220
1	2	3	4	5
1.	Кремнийорганический диметилфенильный, модифицированный К-48	2000	700	150
2.	Кремнийорганический диметилфенильный, немодифицированный	900	310	80
3.	Кремнийорганический метил-диметилфенильный модифицированный	910	300	60
4.	Кремнийорганический метил-диметилфенильный, немодифицированный	300	70	20
5.	Кремнийорганический диэтилфенильный ЭФ-5	150	40	10
6.	Кремнийорганический этилфенильный ЭФ-3	65	16	5
7.	Поливинилформальдегидный, модифицированный резолом /виефлекс/	8	2	0
8.	Анилидоформальдегидный АФ-19	6	1	0

POOR ORIGINAL

-3-

1	2	3	4	5
9. Глифтал-масляный ПЭТ	4	0	0	
10. Битумо-масляный 447	3	0	0	
11. Полиэфир, модифицирован- ный жирными кислотами Г-4	12	8	0	
12. Полиэфир гликоль-себаценовый	20	6	0	
13. Политрифторхлорэтилен /фторопласт-3/	120	70	-	
14. Политетрафторэтилен /фторопласт-4/	-	-	600	

Таблица 2.

Термостабильность полимеров при термоокислительной деструкции

№ п/п	П о л и м е р	Потеря веса за 24 часа в % при °C			
		250	350	400	450
1	2	3	4	5	6
1.	Кремнийорганический диметил-фенильный модифицированный К-48	17,7	33,3	48,0	-
2.	Кремнийорганический диметил-фенильный немодифицированный К-48	7,2	22,8	36,0	44,7
3.	Кремнийорганический метил-диметил-фенильный модифицированный К-47	20,3	35,8	45,0	-

POOR ORIGINAL

-10-

1	2	3	4	5	6
4. Кремнийорганический метил-деметил-фенильный немодифицированный		3,8	10,7	27,5	43,5
5. Кремнийорганический диэтил-фенильный ЭФ-5		8,3	30,2	38,0	-
6. Поливинилформальэтиловый немодифицированный		59,7	94,5	-	-
7. Политрифторхлорэтилен		4,8	98,9	-	-
8. Политетрафторэтилен		1,3	2,1	2,5	45,7
9. Капрон		55,5	94,3	-	-
10. Полиметилсилоксан		2,8	7,0	-	13,0
11. Полидиметилсилоксан		4,0	34,0	-	-
12. Полифенилсилоксан		2,0	3,0	8,5	50,5
13. Полистирол		65,6	98,5	-	-
14. Гилфтал нем одифицированный I350		93,4	99,0	-	-
15. Эпоксид-дефинилпропановый		22,7	93,1	-	-
16. Полиэфир гликольмалеиновый		20,5	68,7	-	-
17. Резорцин-Глицеридный		21,8	59,5	-	-
18. Полиэтилентерефталат/лавсан/		7,5	91,2	-	-
19. фенолформальдегидный резольный		5,3	68,0	-	-
20. Каучук натуральный		4,4	90,4	-	-
21. Каучук нитрильный		9,35	72,0	-	-

BOOK ORIGINAL

-II-

Жидкости ОКБ, представляющие собой смеси полисилоксановых жидкостей с очищенными тяжелыми минеральными маслами, применяются для смазки приборных подшипников и узлов трения, работающих при температуре до минус 70°C ., а также для приговления консистентных низкотемпературных смазок.

Жидкость ВПС применяется как гидравлическая жидкость, мало изменяющая вязкость с температурой. Кроме того, применяется как смазка или как основа для смазок, работающих при низких температурах.

Жидкости № 1, 2, 3, 4, 5 представляют собой ряд продуктов, вязкость которых изменяется от 2 до 1000 сантистоксов; жидкости № 1-4 являются летучими продуктами /температуры кипения от 80 до 250° при 1 мм рт.ст. /; жидкость № 5 - нелетуча. Жидкость № 3 применяется в качестве теплоносителя, устойчивого при длительной работе при 350°C / вне контакта нагретой жидкости с воздухом/. Жидкость № 5, применяемая в качестве смазки, в настоящее время нашла применение для изготовления эмульсий /ЭЖМ/, употребляемых для предотвращения прилипания резины к формам при прессовании, а также при производстве литья по методу "скорлупчатых" форм.

Жидкость КРН является вязким цементирующим продуктом /вязкость 2400-15000 стоксов/, употребля-

POOR ORIGINAL

№12-

емым для подмазки изоляторов и изготовления герметизирующих составов, выдерживающих температуру до 250°C и отличающихся высокой дуго- и искростойкостью.

С м а з к а № 6 вязкость 200-275 сантистоксов предназначена для смазки пневмосистем и работы в контакте с морозостойкими резинами.

К а л о р и я - 2 является электр изоляционной жидкостью для заливки конденсаторов и другой аппаратуры, отличается высокими диэлектрическими характеристиками /тангенс угла потерь около 0,0002-0,0003, удельное объемное сопротивление порядка $1 \cdot 10^{14}$ ом/см/ и весьма малой зависимостью этих характеристик от частоты и температуры в интервале минус 60 - плюс 100°C .

В а к у у м н а я к р е м н и й о р г а н и ч е с к а я ж и д к о с т ь В К ⁴ применяется как рабочая жидкость для паромасляных насосов, обеспечивающая получение вакуума до $1 \cdot 10^{-6}$ мм рт.ст. и отличающаяся высокой стойкостью к периодической напущку воздуха при работе насоса.

Освоено производство новой кремнийорганической жидкости /ГКМ^{SH}/, предназначенной, в первую очередь, для придания гидрофобности различным материалам.

Производство кремнийорганических соединений развивается так:

POOR ORIGINAL

-13-

С 1945 до 1947 гг. производство было незначительным, с 1948 г. был значительный рост. Если принять 1948 г. за 100%, то 1949 г. - 147%, 1955 - 1830%, 1956 - 2500%. Цены по сравнению с 1948 годом к 1955 г. снизились примерно в 3 раза.

Из всего выпуска кремнийорганических соединений только около 15% идет для электрической изоляции. Большое место занимает в потреблении полимеров прецизионное литье, жаростойкие антикоррозионные покрытия, жидкие полимеры для различных назначений. Техноэкономический эффект от применения кремнийорганических соединений можно видеть на следующих примерах.

При отливке из 500000 тонн металла различных деталей методом прецизионного литья получается экономия в 75000 тонн металла, при этом освобождается около 5000 станков и до 20000 рабочих.

Применение кремнийорганических полимеров для изоляции двигателей для врубных машин и комбайнов в угольной промышленности приводит к резкому увеличению срока службы двигателей в 3-4 раза. Это приводит к экономии около 65000000 рублей в год.

В настоящее время кремнийорганические полимеры применяются для следующих целей:

I/ Гидрофобизация: бумаги, тканей, стекла, керамики и т.д.

POOR ORIGINAL

-14-

2/ Низкотемпературные и термостойкие жидкости для смазочных веществ и гидравлические жидкости.

3/ Жидкие антивспенивающие присадки к нефтяным маслам.

4/ Жидкости для диффузионных насосов.

5/ Термостойкие жидкости для конденсаторов.

6/ Жидкости для демферных устройств осциллографов, приборов с рабочей температурой $-60 + 100^{\circ}\text{C}$.

7/ Жидкости для теплоносителей и смазки форм при литье металлов.

8/ Термостойкие смолы и лаки для защиты металлов от коррозии с рабочей температурой до 550°C .

9/ Термостойкие электроизолирующие смолы и лаки для электрической изоляции с рабочей температурой $180-200^{\circ}\text{C}$.

10/ Термостойкие каучуки с высокой рабочей температурой для кабелей, уплотнительных прокладок ртутных выпрямителей и различных двигателей, для изоляции проводов и термостойких шлангов и т.д.

11/ Термостойкие препиточные и заливочные компаунды.

12/ Материалы, стойкие к действию озона и короны.

13/ для получения термостойких пленок в прецизионном

литье металлических изделий из любых металлов и, особенно, твердых и тугоплавных сплавов.

Эти полимеры позволяют уменьшить различие в свойствах, существующее пока между органическими высокополимерными соединениями и неорганическими силикатными веществами: Надо более решительно вторгаться в мало изученную область, лежащую между органической и неорганической химией, так

POOR ORIGINAL

-16-

как в этой области можно найти новые вещества, обладающие свойствами, которые нельзя создать на основе синтеза органических полимеров или число неорганических веществ.

POOR ORIGINAL

Die Verwendung von Glasfasern als Isolierstoff in
der Elektroindustrie der CSR. 50X1-HUM

Ing. J. Sedovic
Forschungsinstitut für Kabel und Isolierstoffe, Bratislava, CSR.

Das Glasfasergarn Rayon in der Elektroindustrie.

Die Beanspruchung elektrischer Isolierstoffe ist gewöhnlich äußerst kompliziert. Der Isolierstoff muß nämlich, um erfolgreich in Elektromotoren, Transformatoren und Apparaten verwendet werden zu können, abgesehen von der Isolierwirkung, eine Reihe weiterer Eigenschaften aufweisen, deren Werte vorgeschrieben sind.

Diese Eigenschaften sind: Wärmefestigkeit, Wärmeleitfähigkeit, Wasseraufnahme, Zugfestigkeit, Druck- und Biegefestigkeit, Verschleißfestigkeit, Säurefestigkeit und Selbstständigkeit, Durchschlagsfestigkeit, Isolationswiderstand, Alterungsbeständigkeit, Feuchtigkeits- und Wetterfestigkeit.

Das Glasfasergarn und die aus diesem hergestellten Isolierstoffe zeichnen sich im Vergleich mit den übrigen Isolierstoffen durch eine ganze Reihe vorteilhafter Eigenschaften, die ihre Verwendung als Isolier- und Konstruktionsmaterial ermöglicht, aus.

I. Die Eigenschaften des Glasfasergarns Rayon.

1. Wärmefestigkeit.

Glasfasern besitzen als anorganisches Material eine sehr hohe Wärmefestigkeit. Während die organischen Isolierfaserstoffe bei erhöhten Temperaturen spröde werden und ihre mechanische Festigkeit einbüßen, bleiben die Glasfasern, deren Wärmefestigkeit bedeutend höher ist, als die der bei ihrer Imprägnierung verwendeten üblichen und speziellen Stoffe, unverändert. Laut der internationalen Norm für Elektromotoren sind imprägnierte, nicht alkalische Glasfasern zur Verwendung als Isolierstoff in der Wärmeklasse H., d.h. mit einer Dauerwärmefestigkeit bis zu 180°C, geeignet.

Die zulässige Dauerbetriebstemperatur wird nicht durch die Eigenschaften der Glasfasern, sondern durch die Wärmebeständigkeit der für die Imprägnierung und Lackierung verwendeten Isolierstoffe bestimmt. Einfache / nicht imprägnierte / Glasfasern wurden in die Wärmeklasse C mit einer Betriebstemperatur über 180°C eingereiht.

50X1-HUM

POOR ORIGINAL

2. Wärmeleitfähigkeit.

Die Wärmeleitfähigkeit der Glasfasern hängt vom Zustand, in dem sie verwendet werden, ab. Einfache Gewebe aus Glasfasergarn mit einer Stärke von über 0,2 mm haben die gleiche Wärmeleitfähigkeit wie einfache Baumwoll- und Seidengewebe.

Bei gewickelten und auf völlig gleiche Weise mit dem gleichen Lack imprägnierten Spulen wurden als Leiterisolation Glasfasergarn, Asbest und Baumwolle verwendet. Bei gleicher zugeführter elektrischer Leitung waren die relativen Temperaturen der Spulen folgende:

mit Glasfasergarn-Isolation	100 %
mit Asbest-Isolation	105 %
mit Baumwoll-Isolation	123 %.

3. Wasseraufnahme.

Die Glasfasern sind ein vollkommen unporöses Material, das kein Wasser aufnehmen kann. Eine geringe Feuchtigkeitsmenge wird bloß auf deren Oberfläche und in den feinen Kapillaren zwischen den einzelnen Fasern zurückgehalten. Die Glasfaserschlichte kann ebenfalls Feuchtigkeit binden.

Die Wasseraufnahme der Glasfaser beträgt bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 60 % ungefähr 0,2 %, während die Wasseraufnahmefähigkeit der Naturseide 8,5 %, der Viskoseseide 11,5 % und der Baumwolle 4 % beträgt.

4. Mechanische Eigenschaften!

Das Glasfasergarn besitzt eine hohe mechanische Zugfestigkeit, die bei den einzelnen Fasern bis zu 200 kg/mm² beträgt. Die Bruchdehnung beträgt ca. 2 %. Diese unbefriedigende Bruchdehnung kann durch Verwendung diagonalen Lackgewebe umgangen werden. Die niedrige Druckfestigkeit des Glasfasergarns kann durch eine Imprägnationsschicht, die als elastisches Polster wirkt, verbessert werden. Das Glasfasergarn ist sehr biegsam, aber die Festigkeit beim Binden von Knoten ist äußerst niedrig. Aus diesem Grunde wird das Glasfasergarn nicht gebunden, sondern geklebt.

Die niedrige Verschleißfestigkeit wirkt sich manchmal bei der Verarbeitung des Glasfasergarns unvorteilhaft aus. In derartigen Fällen kann das Glas mit geeigneten Stoffen, die es gegen Verschleiß schützen, imprägniert werden. Diese Methode wird gewöhnlich bei

Diese Untersuchung ist durch das Gesetz vom 24. April 1935 (Gesetz über die Geheimhaltung von Informationen) geschützt (GBl. I No. 10 v. 10. 1935 S. 2. 385)

POOR ORIGINAL

- 3 -

glasumspunnenen Leitern für Wicklungen von Elektromotoren verwendet

5. Chemikalienbeständigkeit.

Das Glasfasergarn wird durch die üblichen Lösungsmittel, Schmier- und Isolieröle nicht angegriffen. Die meisten Säuren, abgesehen von der Fluorwasserstoffsäure und warmer Phosphorsäure, attackieren das Glasgewebe nicht.

6. Durchschlagsfestigkeit.

Die Durchschlagsfestigkeit des trockenen Glasgarns ist der der anderen Faserstoffe, z.B. der Baumwolle und der Seide gleich und weist gleiche Werte wie eine gleich starke Luftschicht auf. Bei einer Stärke des Glasfasergewebes von 0,12 mm beträgt die Durchschlagsfestigkeit ungefähr 4.000 V/mm.

Die minimale Durchschlagsfestigkeit der schwächsten reinen und trockenen imprägnierten Glasfaserschichten beträgt wenigstens 335 V Gleichstrom- oder 237 V effektiven Wechselstromwertes. Bei Befuchtung sinkt die Durchschlagsfestigkeit.

Mit Bezug auf die praktische Verwendung stellt die nicht imprägnierte Glasfaser ein poröses Dielektrikum mit niedriger Durchschlagsfestigkeit dar. Die Durchschlagsfestigkeit dieses Materials wird durch Imprägnierung und Lackierung mit geeigneten Isolierlacken erhöht. In Abhängigkeit von der Art des Lackes und der Stärke des Gewebes kann durch Lackierung eine Durchschlagsfestigkeit bis zu 70 kV/mm erreicht werden.

7. Isolationswiderstand

Glasfasern besitzen eine große Oberfläche und sämtliche Veränderungen der relativen Luftfeuchtigkeit üben einen starken Einfluß auf den Oberflächenstrom aus. Bei einer Temperatur von 20°C und normaler Luftfeuchtigkeit fließt dieser Strom beinahe ausschließlich längs der Oberfläche der Fasern. Bei Temperaturen über 100°C steigt der Oberflächenisolationswiderstand infolge Austrocknung an und die Wirkung des Durchgangswiderstandes beginnt sich bemerkbar zu machen. Die Abhängigkeit des Isolationswiderstandes reiner Glasfasergarne / mit entfernter Schlichte/ von der Temperatur und Luftfeuchtigkeit ist auf Abbildung 1 und 2 ersichtlich.

60:40.57/1-19 (4)

POOR ORIGINAL

- 4 -

Die Verwendung der Glasfasern in der Elektrotechnik.

Die Glasfasern Rayon sind für die Herstellung elektrischer Isolierstoffe vorzüglich geeignet. Vor allem müssen an dieser Stelle die Regelmäßigkeit, der anorganische Charakter und die Möglichkeit einer textilmäßigen Verarbeitung hervorgehoben werden. Einige Eigenschaften, so die hohe Zugfestigkeit, geringe Wasseraufnahme und die Unbrennbarkeit bewirken, daß die Glasfasern für vielerlei Verwendungen, bei denen sich die bisher üblichen organischen Faserstoffe nicht bewährt haben, vorzüglich geeignet sind.

Durch Verwertung der angezeichneten Eigenschaften des Glases sowie durch zweckmäßiges Kombinieren mit anderen Stoffen erhalten wir eine ganze Reihe von Isolier- und Konstruktionsisolierelementen, die sich durch sehr vorteilhafte thermische, mechanische und elektrische Eigenschaften auszeichnen.

Die Glasfasern werden in der Elektrotechnik in Form von

- | | |
|-------------|---|
| a/ Garnen | Leiterisolierungen
Füllstoffe für Preßmassen |
| b/ Geweben | Lackgewebe; lackierte, parallele
und diagonale Bänder; Schichtstoffe |
| c/ Strüpfen | Isolierstrümpfe
lackierte Isolierschläuche |

verwendet.

II. Glasfasergarnisolierte Leiter.

Bei Leitern, die bei einer erhöhten Betriebstemperatur /minimal in der Wärmeklasse B/ verwendet werden sollen, wird eine Glasfasergarnisolation verwendet. Dieser Isolierstoff wird ebenfalls für Maschinen, die bei niedriger Betriebstemperatur, jedoch in chemisch aggressivem Milieu arbeiten, verwendet.

Die elektrischen und mechanischen Eigenschaften dieser Leiterisolation werden durch die Eigenschaften des Glasfasergarns selbst bestimmt. Von den elektrischen Eigenschaften ist der Isolationswiderstand am wichtigsten. Die Größe des Isolationswiderstandes wird hauptsächlich durch die chemische Zusammensetzung der Glasmasse, die zur Herstellung des Garnes verwendet wurde, bestimmt. An zweiter Stelle werden die elektrischen Eigenschaften durch die Art der verwendeten Schlichte, eventuell des verwendeten Imprägnierstoffes beeinflusst. Die Durchschlagsfestigkeit der nicht

-5-

60:40.57/1-19 (4)

POOR ORIGINAL

15001 10 10 300-20-DDK-0010 2

KMO10021V1

- 5 -

imprägnierten Isolation ist der Durchschlagsfestigkeit der Luft ungefähr gleich. Die tschechoslowakische Norm CSN 34 7575 schreibt für alle glasfasergarnisolierten Starkstromleiter eine Prüfspannung von 1500 V auf die Dauer von 10 Minuten vor.

Auf die mechanischen Eigenschaften der Isolation wird kein besonderer Wert gelegt und diese sind auch durch die Norm nicht vorgeschrieben. Trotzdem müssen die Leiter jedoch so behandelt werden, daß die Isolation beim Biegeversuch unter Verwendung von Dornen mit kleinem Halbmesser nicht springt und sich nicht abblättert. Dies gilt hauptsächlich für Profilleiter.

Leiter für Wicklungen werden auf normalen Spinnmaschinen umspinnen. Das Garn muß auf dem Leiter gut haften, damit beim Verarbeiten beim Verbraucher durch Verschleiß oder Druck bei der Wicklungserzeugung keine Schäden entstehen. Das Garn wird durch einen wärmebeständigen Lack an den Leiter geklebt und die Oberfläche überlackiert.

Die Verwendung von glasfaserisolierten Leitern ist äußerst mannigfaltig und deshalb führen wir auch keine Beispiele an.

Der Übersichtlichkeit halber geben wir in der folgenden Tabelle eine Übersicht der in der CSR erzeugten glasfasergarnisolierten Starkstromleiter.

Tabelle 1

Nummer.	Art	Bezeichnung	Querschnitt mm ²	Vorschrift GSN
1.	Glasfasergarn- umspinnener Leiter, imprä- gniert und ein- gebrannt	K	0,75-6	34 7582
2.	Glasfasergarn- umspinnener Lei- ter, imprägniert und eingebrannt, mit einem gummier- ten Textilband umwickelt	K0	0,75-6	34 7583
3.	Wie sub 2/ mit Bleimantel und Metallumwicklung	K0D	0,75-6	34 7584

-6-

POOR ORIGINAL

- 6 -

Nummer	Art	Bezeichnung	Querschnitt mm ²	Vorschrift CSN
4.		Glasfasergarnumspinnener und -umwickelter Leiter, imprägniert mit einem wärmebeständigen Lack u. eingebrannt	KXK 0,75-50	34 7585
5.		Eine bis vier, glasfasergarnumspinnene und unwickelte Ader, imprägniert und eingebrannt, das Ganze mit Blei umpreßt	KXKO 1x0,75-50 2x0,75-6 3x0,75-6 4x0,75-6 8-2x0,75	34 7586
6.		Wie sub 5/, mit Metallumwicklung	KXKOD -"	34 7587
7.		Mit Asbest umspinnener, glasfasergarnumwickelter Leiter, imprägniert mit einem wärmebeständigen Lack und eingebrannt	As XK 0,75-6	34 7579
8.		1-4 asbestumspinnener glasfasergarnumwickelter Leiter, imprägniert mit einem wärmebeständigen Lack und eingebrannt, das Ganze mit Blei umpreßt	As XKO 1-4x/0,75-6/	34 7580
9.		Wie sub 5/ mit Metallumwicklung	As XKOD 1-4x/0,75-6/	34 7581
10.		Mit wärmebeständigem Gummi isolierter, glasfasergarnumwickelter lackimprägnierter Leiter	GCKK 0,75-6	34 7588

Bei der Herstellung spezieller Motoren werden doppelt glasumspinnene Dynamodrähte mit der Bezeichnung 2 K verwendet. Das Glasfasergarn wird auf geeignete Weise an den Leiter geklebt, damit es sich beim Verarbeiten nicht ablöst. Die erzeugten Dynamodrahtarten sind in Tabelle 2 und 3 angeführt.

-7-

POOR ORIGINAL

- 7 -

Tabelle 2

Zusammensetzung	Nominaldurchschnitt mm	Isolations- anwachs mm	Vorschrift CSN
Glasfasergarnisolier- ter Kupferdraht 2 K	0,50-1,00 1,06-2,50 2,65-5,00	0,22 0,25 0,33	34 7312
Glasfasergarnisolier- ter Aluminiumdraht	0,80-1,00 1,06-2,5 2,65-5,00	0,22 0,25 0,35	34 7357

Tabelle 3

Zusammensetzung	Querschnitt mm ²	Maximale Breite mm	Isolations- anwachs, mm
Kupferbänder mit Glas- fasergarnisolierung laut CSN 34 7320	2,5-6 11-20 30-40	2,5 5-8 18	0,30 0,40 0,50
Aluminiumbänder mit Glasfasergarniso- lation lt. CSN 34 7365	wie bei Kupferbändern.		

III. Lackglasfasergewebe

Lackierte Glasfasergewebe sind wegen ihrer hohen Zugfestigkeit, guten Wärmefestigkeit und Beständigkeit in Kombinationen mit wärme-festen Lacken und schließlich auf Grund ihrer Beständigkeit gegen Einflüsse des Tropenklimas, vorzugsweise für bei höheren Wärmepara-metern, im tropischen und chemisch aggressiven Milieu arbeitende Maschinen bestimmt.

Bei den lackierten Glasfasergeweben ist der verwendete Lack, der der Glasfasergewebe-Basis ihre spezifische Eigenschaften verleiht, von größter Wichtigkeit. Gemäß der Verwendungsweise der lackierten Glasfasergewebe ändert sich auch die Art des verwendeten Lackes. In Hinsicht auf die wichtigste Eigenschaft können wir die Lacke und aus diesem Grunde auch die Lackgewebe in wärmefeste / mit be-tonter Wärmefestigkeit/, tropische/ sich durch geringe Wasserauf-nahme und Fungizidität auszeichnende/ usw. einteilen. Eine beson-dere Gruppe bilden die Lackfasergewebe für Motoren-Wutenisolationen. Von den einzelnen lackierten Glasfasergewebetypen erwähnen wir nur diejenigen, die in der CSR laufend erzeugt oder bei denen die Entwicklung abgeschlossen und die für die Erzeugung vorbereitet sind.

-8-

POOR ORIGINAL

- 8 -

1. Lackglasfasergewebe mit dem Lack A 22.

Der Lack A 22 ist ein acrylierter leinölmodifizierter Polyester. Das Glasfasergewebe mit diesem Lack zeichnet sich vor allem durch gute Wärmebeständigkeit aus. Es ist für die Verwendung in der Wärme-klasse B arbeitenden Elektromotoren geeignet.

Als Grundmaterial können die Glasfasergewebearten YSLAB E, YTAS E und YDARA E verwendet werden. Die Auswahl des Gewebes richtet sich nach der geforderten Stärke und den mechanischen Eigenschaften des Endproduktes.

Die Eigenschaften des Lackfasergewebes mit dem Lack A 22 sind / bei Anführung von Durchschnittswerten / folgende :

Tabelle 4.

Gewebeart	YSLAB E	YTAS E	YDARA E
1. Stärke, mm	0,078	0,145	0,155
2. Gewicht für 1 m ² , g/m ²	112		
3. Zugfestigkeit in der Längsrichtung, kg/15 mm	14		
4. Zugfestigkeit in der Diagonalrichtung, kg/15 mm	4	10	18
5. Bruchdehnung in der Längsrichtung, %	2		
6. Bruchdehnung in der Diagonalrichtung, %	36	20	24
7. Durchschlagsfestigkeit im Anlieferungszustand, kV/mm	60	39	36
8. Durchschlagsfestigkeit nach 24 Stunden in Wasser, kV/mm	30	18	19
9. Durchschlagsfestigkeit im Anlieferungszustand nach starkem Umbiegen, kV/mm	27		
10. Spezifischer Durchgangswiderstand im Anlieferungszustand, Ohm·cm	10 ¹³	10 ¹³	10 ¹³

Diese Unterlagen sind Eigentum des Herstellers und dürfen nicht ohne schriftliche Genehmigung des Herstellers ververvielt werden.

- 9 -

POOR ORIGINAL

- 9 -

Fortsetzung der Tabelle 4.

- | | | | |
|--|---|-----------|-----------|
| 11. Spezifischer Durchgangswiderstand nach 24 Stunden in Wasser, Ohm.cm | 10^{11} | 10^{11} | 10^{11} |
| 12. Wärmefestigkeit bei 150°C | Nach 1400 Stunden wird die Lack-schicht durch Biegen um einen Dorn $\varnothing$ 3 mm nicht beschädigt. | | |
| 13. Bruchdehnungsabnahme in diagonalen Richtung nach 120 Stunden bei 150°C | 41 | | |
| 14. Wasseraufnahme nach 24 Stunden in Wasser, % | 1,3 | | |

Dieser Gewebetyp kann in Stärken von 0,08 - 0,25 mm und in Breiten von 1.000 mm, bzw. auf Wunsch des Abnehmers in parallel oder diagonal geschnittenen Bändern geliefert werden. Die Fabrikbezeichnung für dieses Band ist LS/B.

2. Lackglasfasergewebe mit dem Lack GAM 22.

Zur Verwendung im Tropenklima wurde das Lackglasfasergewebe mit dem Lack GAM 22 entwickelt. Der Lack GAM 22 ist ein holzölmodifizierter Glycerinabietat- und Maleinsäure-Polyester. Dieser Lacktyp weist im Vergleich mit den übrigen Öllacken eine herabgesetzte Wasseraufnahme und eine erhöhte Wärmefestigkeit auf. Nach Zugabe eines fungiciden Präparats stellt dieses Lackfasergewebe ein gegen Schimmelpilze und Fäulnis widerstandsfähiges Material dar. Als Basis können die gleichen Glasfasergewebetypen wie im vorangehenden Falle verwendet werden.

Die Eigenschaften des Lackfasergewebes mit dem Lack GAM 22 sind /bei Anführung von Durchschnittswerten/ folgende:

Tabelle 5

	YSLAB E
1. Stärke mm	0,10
2. Gewicht für 1 m ² , g/ m ²	105
3. Zugfestigkeit in der Längsrichtung, kg/15 mm	15
4. Zugfestigkeit in der Diagonalrichtung, kg/15 mm	5

-10-

POOR ORIGINAL

- 10 -

Fortsetzung der Tabelle 5.

5. Bruchdehnung in der Längsrichtung, %	2,3
6. Bruchdehnung in der Diagonalrichtung, %	27
7. Durchschlagsfestigkeit im Anlieferungszustand, kV/mm	65
8. Durchschlagsfestigkeit nach 24 Stunden in Wasser, kV/mm	26
9. Durchschlagsfestigkeit im Anlieferungszustand nach starkem Umbiegen, kV/mm	45
10. Spezifischer Durchgangswiderstand im Anlieferungszustand, Ohm·cm	5×10^{14}
11. Spezifischer Durchgangswiderstand nach 24 Stunden in Wasser, Ohm·cm	2×10^{14}
12. Wärmefestigkeit	
13. Bruchdehnungsabnahme in diagonalen Richtung nach 120 Stunden bei 150°C, %	70
14. Wasseraufnahme nach 24 Stunden in Wasser, %	0,1
15. Fungizidität	

Dieser Lackglasfasergewebetyp wird noch nicht laufend erzeugt.

3. Lackglasfasergewebe für Nutenisolationen.

Die Verwendung von Glasfasergeweben in der Elektroindustrie gab Veranlassung zur Entwicklung einer neuen Nutenisolation. Es handelt sich hierbei um eine Kombination des Lackglasfasergewebes mit Graupappe. Beide Isolierstoffe sind mit dem Asphaltlack TAL lackiert und geklebt. Diese Kombination entspricht den an Nutenisolationen gestellten Anforderungen; sie zeichnet sich durch gute Isoliereigenschaften, niedrige Hygroskopizität, gute Wärmeleitfähigkeit, Wärmefestigkeit und Stabilität / der Asphalt besitzt im Vergleich zu den übrigen Imprägnierlacken eine ungefähr dreifache Wärmeleitfähigkeit / aus. Diese Stoffe können sofort bei der Erzeugung in die gewünschte Stärke geschichtet werden, wodurch ein kompaktes Gefüge ohne Luftblasen entsteht.

Diese geschichtete Nutenisolation entspricht den Anforderungen an die Wärmeklasse E und wird unter der Bezeichnung LFLS-353 hergestellt.

-11-

66:46-57/1-19-(4)

POOR ORIGINAL

LSD 11. V. 202-22-DDS-10010 2

LMO/10/21/1

- 11 -

Die Eigenschaften dieser Nutenisolation sind in der folgenden Tabelle 10 / unter Anführung von Minimalwerten/ angegeben. Zu Vergleichszwecken sind in derselben Tabelle auch die entsprechenden Werte für das eigentliche mit dem Lack TAL lackierte Glasfasergewebe, das auch als selbständige Nutenisolation Verwendung finden kann, angeführt.

Tabelle 6

	LPLS 353	YTAS E
1. Stärke, mm	0,35	0,12
2. Zugfestigkeit in der Längsrichtung, kg/15 mm	40	29
3. Zugfestigkeit in der Querrichtung, kg/15 mm	30	21
4. Durchschlagsfestigkeit im Anlieferungszustand, kV/mm	10	50
5. Durchschlagsfestigkeit nach 24 Stunden bei 25°C, kV/mm	10	50
6. Durchschlagsfestigkeit nach 24 Stunden in Wasser, kV/mm	4	12
7. Durchschlagsfestigkeit im Anlieferungszustand nach Umbiegen um 180°, kV/mm	3	6
8. Durchschlagsfestigkeit nach 3 Stunden bei 125°C und Umbiegen um 180°C, kV/mm	3	-
9. Alterung bei 125°C	Nach 5 Stunden keine Sprünge beim Umbiegen um einen Dorn $\varnothing$ 5 mm.	
10. Extrakt im Lösungsmittel für den Imprägnierlack /Xylen und Lackbenzin im Verhältnis 1:10 und bei Verwendung einer Prüflings 50x50 mm/	höchstens 0,1 g	
11. Spezifischer Durchgangswiderstand im Anlieferungszustand, Ohm·cm	-	10^{15}
12. Spezifischer Durchgangswiderstand nach 96 Stunden bei 80 % rel. Luftfeuchtigkeit, Ohm·cm	-	10^{13}
13. Spezifischer Durchgangswiderstand nach 24 Stunden in Wasser, Ohm·cm	-	10^{11}

-12-

POOR ORIGINAL

- 12 -

IV. Schichtglasfaser-Hartgewebe.

Die größte Bedeutung vom Standpunkt der praktischen Verwendbarkeit hat die Anwendung des Glasfasergewebes bei der Erzeugung von Schichtstoffen. Mit Hilfe des Glasfasergewebes gelang es, geschichtete Isolierstoffe ausgezeichneten mechanischer und sehr guter elektrischer Eigenschaften herzustellen. Aus dem bereits vorhandenen Sortiment dieser Produkte können Stoffe für die allerverschiedensten Zwecke ausgewählt werden. Diese Stoffe entsprechen den Anforderungen auch für die ungünstigsten Betriebsverhältnisse, so z.B. in den Tropen, für Atmosphären mit erhöhten bzw. niedrigen Temperaturen, hohem Feuchtigkeitsgehalt usw. In der CSR werden folgende Arten von Schichtglasfasergeweben erzeugt.

1. Glastextit U

Ist ein Schichtglasfaser-Hartgewebe mit dem Äthoxylinharz Upon 1001 B als Bindemittel. Bei der Erzeugung dieses Produktes wird das Glasfasergewebe YVETA E, bzw. YMON E verwendet. Dieser Hartgewebetyp findet wegen seiner ausgezeichneten mechanischen und elektrischen Eigenschaften und niedrigen Wasseraufnahme als Konstruktionsmaterial Verwendung. Es eignet sich auch für die Anwendung in den Tropen. Das Material wird in Plattenform in Stärken von 0,2-20 mm und in Abmessungen von 650x11,500 mm hergestellt. Die Eigenschaften des Materials sind in der Tabelle 7 zusammengefaßt.

2. Glastextit RA

Ist ein Schichtglasfaser-Hartgewebe mit einem Anilin-Phenolharz als Bindemittel. Bei der Erzeugung dieses Produktes wird das Glasgewebe YVETA B verwendet. Kraft seiner Eigenschaften ist dieses Material überall dort, wo ausgezeichnete mechanische und elektrische Eigenschaften, und dies auch nach langdauernder Lagerung in feuchter resp. tropischer Atmosphäre, gefordert werden, zur Verwendung bestimmt. Besonders bedeutend bei diesem Material ist die geringe Isolationswiderstandsabnahme nach Lagerung unter den Bedingungen V10 / Beanspruchung durch Feuchtigkeits- und Temperatursylen/.

Das Material wird in Plattenform in Stärken von 0,2 - 10 mm und in Abmessungen 650x1150 mm erzeugt. Die Eigenschaften des Materials sind in der Tabelle 7 angeführt.

-13-

POOR ORIGINAL

- 13 -

3. Glastextit EF

ist eines der ältesten in der CSR erzeugten Glasschichtstoffes. Der Zusammensetzung nach handelt es sich um ein Glasgewebe mit einem Phenol-Formaldehyd-Resol als Bindemittel. Es wird als Konstruktionsmaterial, das gleichzeitig auch als Isolierstoff dient, verwendet. Wegen seiner Chemikalienbeständigkeit eignet er sich für die Verwendung in der chemischen Industrie. Zu seiner Erzeugung verwendet man das Glasgewebe Typ YVETA E oder YMON E. Die Platten werden bei Stärken von 0,2-20 mm in Abmessungen von 850x1150, eventuell bei Ausführungen in einer Stärke von über 3 mm auch in Abmessungen von 1150x1750 mm hergestellt. Die Eigenschaften des Materials sind in der Tabelle 7 angeführt.

4. Glastextit M

ist ein Schichtglasfaser-Hartgewebe mit einem Melamin-Formaldehyd-Harz als Bindemittel. Glastextit M ist ein Konstruktionsmaterial, das sich durch hohe Kriechstrom- und Lichtbogenfestigkeit auszeichnet. Dieses Material wird noch nicht laufend erzeugt. Seine Eigenschaften sind in der Tabelle angeführt. (Tabelle 7)

V. Preßstoffe

Wegen seiner Unbrennbarkeit, hohen Wärmefestigkeit, guten mechanischen Festigkeit, Wasser- und Schimmelpilz-Beständigkeit werden die Glasfasern entweder allein oder in Kombinationen mit anderen anorganischen Substanzen als Füllstoffe verwendet. Die auf diese Weise erzeugten Stoffe sind besonders wegen ihrer niedrigen Wasseraufnahme bemerkenswert. Bei Preßmassen kann man vorteilhaft bei der Erzeugung von Geweben abfallendes Glasfasergarn verwenden.

Im weiteren wollen wir zwei Hauptarten von in der CSR entwickelten und erzeugten glasfasergarngefüllten Preßmassen beschreiben.

1. Preßmasse 550 E

ist der ältere der beiden Stoffe. Sie wird aus einem härtbaren mit ca. 66 % nicht alkalischen Glasfasergarn gefüllten Phenolharz des Novolak-Typs hergestellt. Dieses Material wird hauptsächlich bei der Kollektorerzeugung verwendet. Seine Eigenschaften sind in der Tabelle 8 angeführt.

-14-

POOR ORIGINAL

[500] 1. V. 500-20-008-10310 2

KMO18831V1

- 14 -

2. Preßmasse NOVAL

Bei der Entwicklung neuer Isolierstoffe für das Tropenklima wurde eine Preßmasse mit der Bezeichnung NOVAL geschaffen. Die Basis dieses Materials bildet ein polyvinylformal-modifiziertes Novolak-Harz. Als Füllstoff wurde gehacktes Glasfasergarn und gemahlener Feldspat /Orthoklas/ verwendet. Der Feldspat ist aus der Praxis als fungicides Material bekannt, während die Glasfaser dem Material mechanische Festigkeit verleiht und das Polyvinylformal die Wasseraufnahme herabsetzt und als Weichmacher für das Grundharz dient. Dieses Material eignet sich für die Verwendung im Tropenklima und überall dort, wo ein hoher Isolationswiderstand und eine niedrige Wasseraufnahme verlangt werden. Die Eigenschaften des Materials sind in der Tabelle 9 angeführt.

VI. Lackierte Isolierschläuche

Für bei erhöhten Temperaturen /Klasse B, F und H/ oder im Tropenklima arbeitende Maschinen müssen anstatt lackierter Isolierschläuche mit organischem Textil-Trägermaterial anorganische verwendet werden. Zu diesem Zwecke eignen sich aus dem Rayon-Glasfasergarn hergestellte Isolierschläuche. Selbstverständlich werden bei dieser neuen Verwendung Speziallacke benötigt. Versuchsweise werden für die Erzeugung von lackierten Glasfaser-Isolierschläuchen die Lacke A 22, GAM 22, d.h. dieselben wie die bei lackierten Glasfasergeweben, verwendet. Ein gewisser Nachteil der lackierten Glastextil-Isolierschläuche ist die im Vergleich mit den organischen Faserstoffen geringere Elastizität des Trägermaterials und deshalb auch eine geringere Biegsamkeit.

Die lackierten Isolierschläuche mit Glastextil-Basis werden vor-derhand in der CSR nicht hergestellt und ihre Erzeugung befindet sich noch im Versuchsstadium. Zwecks Information geben wir die bei Versuchsmodellen von lackierten Schläuchen mit Glastextil-Basis festgestellten Ergebnisse an.

Schlußbemerkung

Wir bemühten uns, wenigstens die wichtigsten Materialien der einzelnen Isolierstoffgruppen, die unter Verwendung des Rayon-Glasfasergarns hergestellt werden, zusammenzufassen. Die Verwendung von Glasfasergarn in der Elektrotechnik ist jüngeren Datums.

-15-

Diese Zusammenfassung ist eine Kopie des Originals (GRI 140. A. S. 10. 1025. 2. 005)

POOR ORIGINAL

15501 11 10 000-20 DDB-10010 2

KMO/000101

- 15 -

Es ist nur einige Jahre her, daß mit seiner Produktion in der CSR, hauptsächlich unter Verwendung des nicht alkalischen Glasmaterials E, begonnen wurde. Die Verwendungsmöglichkeiten des Glasfasergarns werden auch durch den Umstand, daß dieses erst seit kurzem erzeugte Material in so vielerlei Branchen der Isolierstoffherzeugung eine bedeutsame Rolle spielt, genügend deutlich bewiesen. Dieses ist jedoch ganz selbstverständlich, wenn wir uns die Eigenschaften dieser Isolierstoffe vor Augen führen.

Die Entwicklung der Isolierstoffe auf Glasfasergarn-Basis ist noch bei weitem nicht abgeschlossen, sondern sie befindet sich im Gegenteil noch im Anfangsstadium. In der Zukunft können wir mit der Entwicklung weiterer neuer Isolierstoffe auf Rayon-Glasfasergarn-Basis für die allerverschiedensten Anwendungsmöglichkeiten rechnen.

Aus dem Slowakischen
übersetzt von
Ing. L. S t e i n .

Diese Übersetzung ist durch das Gesetz zur Regelung der Verhältnisse der Verfassung (Gesetz Nr. 100 vom 10. März 1960) geschützt.

POOR ORIGINAL

- 16 -

Tabelle 7

	Glastextit U	Glastextit RA	Glastextit M	Glastextit EF
1. Spezifisches Gewicht, g/cm ³	1,70-1,90	1,70	1,85	1,70
2. Biegefestigkeit, kg/cm ²	4.000	2.500	1.500	1.700
3. Zugfestigkeit, kg/cm ²	2.500	2.000	2.000	1.000
4. Druckfestigkeit, kg/cm ²	5.000	1.200	600	4.500
5. Schlagbiegefestigkeit cm kg/cm ²	150	60	65	25
6. Kerbzähigkeit cm kg/cm ²	-	-	-	-
7. Spaltfestigkeit, kg	250	175	60	150
8. Brinell-Härte, kg/cm ²	6·10 ³	2-4·10 ³	2·10 ³	-
9. Wärmeformbeständig- keit nach Martens, °C	200	170	210	200
10. Spezifischer Oberflä- chenwiderstand nach 96 Stunden in 80 % rel. Luftfeuchtigkeit, Ohm	10 ¹³	10 ¹³	10 ¹²	10 ¹¹
11. Spezifischer Ober- flächenwiderstand nach 24 Stunden in Wasser, Ohm	10 ¹²	2·10 ¹¹	-	-
12. Spezifischer Durch- gangswiderstand nach 96 Stunden in 80 % rel. Luftfeuchtigkeit, Ohm·cm	10 ¹⁴	10 ¹³	3·10 ¹¹	10 ¹¹
13. Spezifischer Durchgangs- widerstand nach 24 Stun- den in Wasser, Ohm·cm	10 ¹²	2·10 ¹²	-	-
14. Verlustfaktor bei 1 kHz nach 96 Stunden in 80 % rel. Luftfeuchtigkeit, %	1	1,8	-	-
15. Dielektrizitätskonstante nach 96 Stunden in 80 % rel. Luftfeuchtigkeit	5,3	5,2	-	-

-17-

60:40,57/1-19 (4)

POOR ORIGINAL

360] 1. 18 201-20-DDK-18011 2.

KMO 180111

- 17 -

Fortsetzung der Tabelle 7.

16. Durchschlagsfestigkeit nach 96 Stunden in 80 % rel. Luftfeuchtigkeit senkrecht zu den Schichten, kV/mm	25	20	11	-
17. Durchschlagsfestigkeit bei 90°C senkrecht zu den Schichten, kV/mm	> 18	20	8	10
18. Durchschlagsfestigkeit bei 20°C parallel zu den Schichten für eine Stärke von 25 mm, kV	> 30	50	48	-
19. Durchschlagsfestigkeit bei 20°C parallel zu den Schichten für eine Stärke von 25 mm, kV	30	50	> 40	-
20. Wasseraufnahme nach 96 Stunden in Wasser, %	0,04	0,15	5	2,5

Die Werte wurden laut der Norm GSN 64 0150 bestimmt.

Tabelle 8

Die Eigenschaften der Preßmasse 550 E
 /Die angegebenen Werte stellen Minimalwerte dar/.

1. Wasseraufnahme, %	0,05
2. Biegefestigkeit, kg/cm ²	700
3. Schlagbiegefestigkeit, cm kg/cm ²	5
4. Kerbzähigkeit, cm kg/cm ²	2
5. Wärmeformbeständigkeit nach Martens, °C	175
6. Spezifischer Oberflächenwiderstand, Ohm	10 ¹⁰
7. Spezifischer Durchgangswiderstand, Ohm	10 ¹⁰
8. Durchschlagsfestigkeit, kV/mm	12

-18-

60:40 57/1 10

POOR ORIGINAL

- 18 -

Tabelle 9Die Eigenschaften der Preßmasse NOVAL

/Die angegebenen Werte stellen Durchschnittswerte dar/.

1. Wasseraufnahme nach 96 Stunden in Wasser, %	0,05
2. Zugfestigkeit, kg/cm ²	200
3. Druckfestigkeit, kg/cm ²	1,300
4. Biegefestigkeit, kg/cm ²	650
5. Schlagbiegefestigkeit, kg cm/cm ²	4,2
6. Kerbzähigkeit, kg/cm/cm ²	1,9
7. Brinell-Härte, kg/cm ²	5·10 ³
8. Formbeständigkeit in der Wärme nach Martens, °C	150
9. Spezifischer Oberflächenwiderstand nach 96 Stunden in 80 % rel. Luftfeuchtigkeit, Ohm	1,5·10 ¹³
10. Spezifischer Oberflächenwiderstand nach 24 Stunden in Wasser, Ohm	3·10 ¹²
11. Spezifischer Durchgangswiderstand nach 96 Stunden in 80 % rel. Luftfeuchtigkeit, Ohm·cm	2,2·10 ¹²
12. Spezifischer Durchgangswiderstand nach 24 Stunden in Wasser, Ohm·cm	2·10 ¹²
13. Verlustfaktor bei 1 kHz nach 96 Stunden bei 80 % rel. Luftfeuchtigkeit, %	5
14. Verlustfaktor bei 1 kHz nach 24 Stunden in Wasser, %	5,4
15. Dielektrizitätskonstante bei 1 kHz nach 96 Stunden bei 80 % rel. Luftfeuchtigkeit	6,2
16. Dielektrizitätskonstante bei 1 kHz nach 24 Stunden in Wasser	6,2
17. Durchschlagsfestigkeit nach 96 Stunden bei 80 % rel. Luftfeuchtigkeit, kV/mm	16
18. Durchschlagsfestigkeit nach 24 Stunden in Wasser, kV/mm	15

-19-

POOR ORIGINAL

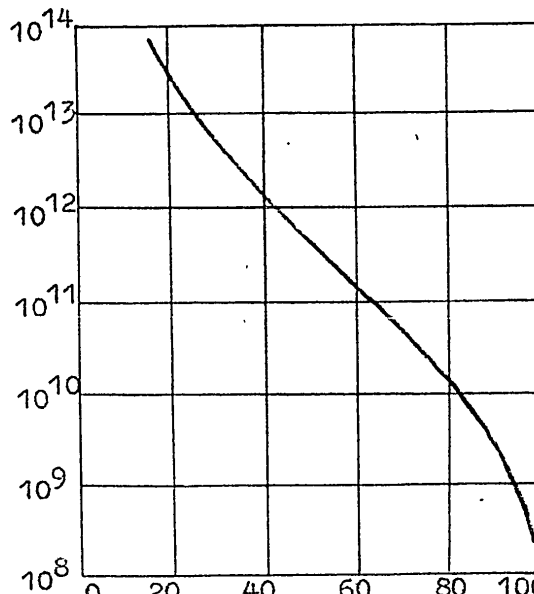
- 19 -

Tabelle 10

	Art des verwendeten Lackes	
	A 22	GAM 22
1. Durchschnitt des Isolier- schlauches, mm	10	10
2. Wandstärke, mm	0,67	0,67
3. Druckfestigkeit, kg	650	650
4. Prüfspannung, 4.000 V/1 Min.	entspricht	entspricht
5. Durchschlagsspannung, V	5.600	6.500
6. Isolationswiderstand, Ohm/cm	$4 \cdot 10^8$	$2 \cdot 10^8$
7. Transformatorenölbeständigkeit	entspricht	entspricht
8. Benzinbeständigkeit	entspricht	entspricht
9. Brennbarkeit, Sek.	50	60

Die Werte wurden laut der Norm GSN 34.6550 bestimmt.

Diese Untersuchung ist gemäß der GSN 34.6550 durchgeführt (GSR 10 v. S. 10. 1225 & 285)

POOR ORIGINAL
 Ω cm
 CM OM


ОТНОС. ВЛАЖ.

Abbildung 1. Die Abhängigkeit des Isolationswiderstandes des Glasfasergarns EK von der rel. Luftfeuchtigkeit.
 Рис. I. Зависимость изоляционного сопротивления стекло-
 пряжи EK от относительной влажности.

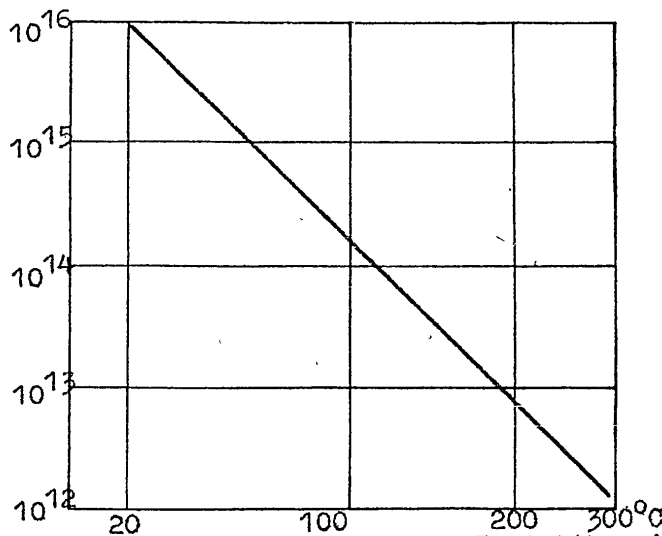
 Ω cm
 CM OM


Abbildung 2. Die Abhängigkeit des Isolationswiderstandes des Glasfasergarns EK von der Temperatur
 Рис. 2 Зависимость изоляционного сопротивления
 стеклопряжи EK от температуры.

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBL 140 v. 2 10. 1952. S. 682)

POOR ORIGINAL

50X1-HUM

Ing. A. Lidarik. C.S.R. O

Herstellung der Epoxyd-Gießharze in der CSR

In diesem Vortrage werden Herstellung der klassischen Epoxydharze, der flüssigen Glyzidäther, verwendete Härter und Eigenschaften der in der CSR hergestellten Epoxyd-Gießharze besprochen. Es wird zunächst auf die

1. Herstellung der klassischen Epoxydharze

eingegangen. Die Bezeichnung "klassische Epoxydharze" habe ich für die durch alkalische Kondensation des 4,4'-Dioxy-diphenyl-2,2'-propan (Biphenol A, Dian/ mit Epichlor- oder Dichlorhydrin dargestellten Produkte getroffen.

In kurzgefasster Form möchte ich Sie mit den Ergebnissen einiger unserer Arbeiten, welche gewisse Aufklärungspunkte über den Reaktionsmechanismus vermitteln, und mit einigen unseren Erfahrungen aus der Herstellung der Epoxydharze bekannt machen. Für die oben angegebene Kondensation wurde noch nicht nachgewiesen, ob die Reaktion entweder durch die Anlagerung einer Epoxyd-Gruppe an das phenolische Hydroxyl /1,2/ verläuft, oder aber das Cl-Atom des Epichlor- oder Dichlorhydrins mit Dianat umgesetzt wird. /5/

Zur Aufklärung dieses Problems wurde eine Kondensation analytisch untersucht, bei welcher eine Lösung des Bisphenols A an Dichlor- oder Epichlorhydrin mit 30 %iger wässriger NaOH-Lösung tropfenweise versetzt wurde.

Für die Kondensation Bisphenols A mit Epichlorhydrin wurde klargemacht, daß zuerst die Anlagerung der Epoxyd-Gruppe an das phenolische Hydroxyl abläuft, und dann die Dehydrohalogenation.

Dies ist aus der Abb. 1 u. 2 zu erkennen.

Wie aus den Abb. 1 u. 2 hervorgeht, wird die Addition schon in den ersten 10 Min. bis zu 25 % vollzogen. Während jener Zeit wurde aber nur 8,35 % NaOH zugetropft. Dieser Verlauf widerlegt, daß bei der Herstellung der Epoxydharze die Umsetzung des Dianats mit dem Cl-Atom des Epichlorhydrins die Hauptaktion wäre.

Ähnlichen Reaktionsmechanismus finden wir auch bei dem Dichlor-

50X1-HUM

- 2 -

POOR ORIGINAL

- 2 -

hydrin. Auch in diesem Falle ist die Anlagerung der Epoxyd - Gruppe an das phenolische Hydroxyl die dominierende Reaktion. Dieser Reaktion muß aber die Umsetzung Dichlorhydrins mit NaOH unter Abspaltung von HCl und unter Bildung Epichlorhydrin vorangehen. Der Verlauf ist sodann derselbe wie in dem vorhergehenden Falle.

Der Verlauf dieser Reaktion ist in Abb. 3 u. 4 wiedergegeben.

Die erste von den Reaktionen, die Addition, ist stark exotherm; sie verläuft unter 17,8 kcal/mol - Wärmeabgabe. Die eigentliche Dehydrohalogenation ist endotherm; wird aber betreffende Lösungs- u. Neutralisationswärme hinzugerechnet, so ist der Schlusseffekt mißig exotherm: 2 kcal/mol.

Über den Temperaturverlauf der Reaktionen gibt Abb. 3 Auskunft.

Diese Resultate stimmen gut mit der Praxis überein, wie es nachfolgender qualitativer Versuch zeigt. Die Umsetzung Bisphenols A wurde in einem Kolben vorgenommen, welcher in einem auf eine konstante Temperatur von 70°C geheizten Thermostaten untergebracht wurde. Die Reaktion wurde in einem System mit konstanter Wärmeabnahme ausgeführt; sie wird also durch maximale Wärmetönung charakterisiert. Der Verlauf wird in Abb. 6 veranschaulicht.

Gemäß den angegebenen Resultaten ist eine Regelung des Abkühlens des Reaktionsgemisches, bzw. der Geschwindigkeit des Zutropfens erforderlich.

Nach der vollendeten Kondensation müssen Elektrolyte, Wasser und Lösungsmittel aus dem Reaktionsgemisch entfernt werden.

Die Entfernung der Elektrolyte kann auf die allgemein übliche Weise vorgenommen werden, entweder durch Auswaschen mit warmen Wasser, oder durch Lösungsmittel-Extraktion. Das Mass der Entfernung der Elektrolyte wird qualitativ mit AgNO_3 verfolgt. Das Harz wird in Aceton gelöst, mit Wasser versetzt, das aufgefüllte Harz dann abfiltriert, und dem mit Salpetersäure angesäuerten Filtrat AgNO_3 hinzugefügt. Entstandene Trübung oder Opaleszenz wird mit Standards verglichen.

Quantitativ wird der NaCl-Gehalt polarographisch schon in dem vollendeten Harz verfolgt. Die Analyse wird in Schwefelsäure ausgeführt, und zwar durch Stichproben nur bei einigen Chargen.

- 3 -

POOR ORIGINAL

- 3 -

Der NaCl-Gehalt bewegt sich in unseren Harzen zwischen 0,001-0,0001 %. Sehr sorgfältig ist der NaOH-Gehalt zu verfolgen. Bereits eine kleine Menge /0,05 %/ NaOH kann eine Ionenpolymerisation des Epoxydharzes bei dem Schlußvorgang der Vakuumdestillation initiieren, welcher bei 180°C vorgenommen wird. Die Lauge kann in kleinen Mengen auch durch Erwärmung der neutralen Harzlösung mit NaCl-Lösung entstehen. Es stellt eine Analogie der Umsetzung Äthylenoxyds mit Natriumchlorid dar, die bei der analytischen Bestimmung des Äthylenoxyds verwendet wird. Da wird die Menge des entstandenen NaOH direkt abtitriert. In unserem Falle ist die Reaktivität der Epoxyd-Gruppe unverhältnismäßig eine niedrigere, aber sie darf nicht vernachlässigt werden. In unserer Versuchsanlage war sie bei der Herstellung der Epoxydharze wahrscheinlich die Ursache von zwei mißlungenen Chargen, die bei der Vakuumdestillation gelatiniert geworden sind. Qualitative Prüfung wird ähnlicherweise wie quantitatives Chloriden-Bestimmen ausgeführt.

Wiederum wird das Harz in Aceton gelöst, mit Wasser ausgefällt, abfiltriert und die Alkalinität des Filtrates mittels der Reagenzpapiere oder mit Methylrot verfolgt. Bei den Ausgangsstoffen für die Herstellung der Epoxydharze führen wir vor allem die Analyse Bisphenols A, Epichlorhydrins und Dichlorhydrins aus. Bei Bisphenol A verfolgen wir seinen Schmelzpunkt, den Gehalt an freiem Phenol, welcher in dem mit Wasserdampf destillierten Anteil kolorimetrisch mittels Gibbs' Reagenz ermittelt wird. Bei Epichlorhydrin wird der Epoxydgruppengehalt nach dem Pyridin-Hydrochlorid-Verfahren, und der Gehalt an Cl durch Verseifen mit KOH ermittelt. Analogisch ist die Cl-Bestimmung bei Dichlorhydrin.

2. Darstellung flüssiger Glycidäther

Die durch alkalische Kondensation direkt dargestellten klassischen Epoxydharze vom Bisphenol A-Typ sind visköse Flüssigkeiten bis Festkörper, von einem Schmelzpunkt über 100°C. Für das Kaltverarbeiten oder auch für anspruchsvolle Imprägnierungen bei erhöhter Temperatur, wie z.B. bei Imprägnierungen von feinen Induktionsspulen, muß das Harz in hochsiedenden, oder sogenannten reaktiven Lösungsmitteln gelöst werden.

Von der ersten Gruppe werden die sonst üblich als Weichmacher verwendeten Flüssigkeiten (Dibutylphthalat, Diäthylphthalat,

- 4 -

POOR ORIGINAL

- 4 -

Trikresylphosphat/ verwandt. Das Gießharz besitzt aber nach dem Aushärten eine sehr erniedrigte Wärmebeständigkeit. So ist z.B. bei dem mit Phtalanhydrid ausgehärteten Typ durch 20 % Dibutylphthalat-Zusatz die Martens'sche Formbeständigkeit in der Wärme von 110°C auf 60°C abgefallen. Bessere Resultate ergab die zweite Gruppe, also Stoffe, welche Gruppen enthalten, die sich an der Reaktion beteiligen. Es handelt sich da besonders um Stoffe, die Epoxyd-Gruppen enthalten, wie es z.B. Phenylglyzidäther, Butylglyzidäther und Allylglyzidäther oder Vinylmonomere sind.

Den erstgenannten, den Phenylglyzidäther, stellen wir ähnlicherweise wie die Epoxydharze dar- wiederum lassen wir zu der Lösung Phenole in Epichlorhydrin die wässrige NaOH-Lösung zutropfen. Läuft die Reaktion nicht bis zum Schluß ab und bleibt im technischen Glyzidäther freies Phenol zurück, entsteht der Bisphenolglyzidäther. Dieser, ähnlich wie der Phenylglyzerinäther, welcher durch Addition von Wasser an Phenylglyzidäther entstanden ist, fällt stufenweise in Form von Kristallen aus.

Bei der Arbeit mit Phenylglyzidäther ist darauf zu achten, daß diese Verbindung unangenehme physiologische Einflüsse ausübt- auf empfindlicherer Haut werden schwierig heilende Ausschläge hervorgerufen.

Demnächst folgende zwei Glyzidäthern werden in einem Zwei - Stufen - Verfahren dargestellt. In der ersten Phase wird unter katalytischem Einfluß der Friedel-Crafts'schen Katalysatoren, an besten mittels BF_3 , die Addition, und dann in der zweiten die Abspaltung von HCl vom entstandenen Chlorhydrinäther, entweder mit alkalischem Aluminat in nicht-wässrigem Milieu, oder aber mit wässriger NaOH-Lösung ausgeführt.

3. Aushärtung der Gießharze :

Für das Aushärten der Epoxyd-Gießharze verwenden wir zwei Härtertypen: Phtalanhydrid für Gießharze, welche bei Temperaturen über 100°C zu verarbeiten und auszuhärten sind, oder Diäthylentriamin, bzw. höhere Polyäthylenpolyamine /Triäthylentetramin u.ä./ für Kalt-Aushärten.

Phtalanhydrid wird sublimiert oder destilliert /mindestens auf 99 % / verwandt. Von den Verunreinigungen, welche das

- 5 -

POOR ORIGINAL

- 5 -

Phtalanhydrid begleiten, ist Naphtochinon unangenehm, denn es übt reizende Einflüsse besonders auf Augen aus. Für eine Betriebskontrolle der Polyäthylendipolyamine wird besonders die Destillationskurve verwendet.

Es wird die Fraktion von Polyäthylendipolyaminen von 150 - 230°C Siedepunkt verwendet, welche neben den höheren Polyaminen über 80 % Diäthylentriamin enthält. Eine ausführlichere Analyse wird so vorgenommen, daß primäre Amine mit Salizylaldehyd in Gegenwart von Kupfer-Ionen, terz. Amine dann durch die potentiometrische Titration mit Perchlorsäure in Essigsäure, nach ausgeführter Acetylierung der primären und sekundären Aminen mit Acetanhydrid, bestimmt werden.

4. Tschechoslowakische Epoxyd-Gießharze:

Mit Hinsicht auf eine bessere Übersicht werden die einzelnen Typen der Epoxydharze mit den Namen bezeichnet, unter welchen sie in der CSR hergestellt werden. Zuerst werden die mit Phtalanhydrid gehärteten Typen, d.h. UPON 2000 F und UPON 2400 G besprochen.

UPON 2000 F

Dieser UPON besteht aus einem Epoxydharz von 750 - 900 Mol. Gewicht, welches mit 35 Gewichtsteilen Phtalanhydrid ausgehärtet wird. Es ist der üblichste und meistens verwandte Epoxydharz-Typ. Es wird als Harz in Stücken und pulveriges Härter geliefert. Das nicht gehärtete Harz besitzt einen Schmelzpunkt von 65 - 75°C /ermittelt mit Ring und Ballmethode/.

Seine Verarbeitung wird so vorgenommen, daß das Epoxydharz bei 120°C geschmolzen wird, und dann mit Phtalanhydrid in einem Verhältnis zu der Schmelze von 35 : 100 Gewichtsteile versetzt. Die Viskosität des Harzes ist bei dieser Temperatur etwa 1000 cps. Nach der Zugabe des Härters muß das Harz mindestens binnen zwei Stunden, am besten aber binnen einer halben Stunde verarbeitet werden. Blosses Harz verträgt verlängertes Erhitzen bei 120°C ohne wesentliche qualitative Veränderungen. Bilden sich bei dem Einrühren des Härters Bläschen, so werden sie durch kurzes /ca. 2 Min./ Aufwärmen auf 130 - 140°C beseitigt. Die Beseitigung der Bläschen kann auch unter Vakuum oder durch Vibrationen vorgenommen werden. Beide Verfahren sollen aber nur im Stadium der optimalen Viskosität ausgeführt werden /bei 120°C etwa

- 6 -

62

Das Harz wird bei 100°C 20 Stunden bei 120°C 14 Stunden, bei 160°C 5 - 7 Stunden, und bei 200°C 2 Stunden gehärtet. Durch Aushärten werden folgende Volumenschrumpfungswerte verursacht:

- 7 -

POOR ORIGINAL

- 7 -

bei 100°C -0,5 %, bei 140°C -1,4 %, bei 180°C -2,1 %, bei 200°C -2,3 %.

Das Harz weist folgende Eigenschaften auf:

Schlagbiegefestigkeit	10 - 20 kg/cm ²
Biegefestigkeit	800 - 1 000 kg/cm ²
Zugfestigkeit	550 - 650 kg/cm
Formbeständigkeit nach Martens	105 - 115°C
Elastizitätsmodul	300 - 400 kg/mm ²
Druckfestigkeit	11 - 13 kg/mm ²
Zersetzungstemperatur	340 - 345°C
Linearer Wärmeausdehnungskoeff.	60 · 10 ⁻⁶ mm/mm°C
Diffusionskonstante /Dug und Frosch/	1,08 · 10 ⁻⁸ cm ² /Sec.
Spezifische Wärme nach dem CSR Standard CSN-ESC	0,101 cal/g °C
Lichtbogenfestigkeit nach CSN-ESC	4
Kriechstromfestigkeit /mit Dampfprüfungs- gerät /	2750-3200 Sec.
therm. Leitfähigkeit bei 25°C	0,144 kcal/m.H.°C
" " " 50°C	0,159 " "
Durchschlagsfestigkeit	25 kV/mm
Spezifischer Widerstand	10 ¹⁶ Ohm.cm
Dielektrizitätskonstante bei 22°C	3,75
Dielektrischer Verlustfaktor tgδ bei 50 c/s 25°C	0,007
" " " 800 " "	0,007
Wasseraufnahme in 96 Stunden bei 25°C	0,02 %

Nach der Zugabe des Füllmittels werden die Eigenschaften des Harzes einigermaßen geändert. So z.B. das Harz mit 66 % der Kieselgur als Füllmittel (d.h. mit einem Verhältnis Harz : Füllmittel von 1 : 2) besitzt folgende Eigenschaften:

Schlagbiegefestigkeit	6 - 7 kg/cm ²
Biegefestigkeit	700 - 900 kg/cm ²
Zugfestigkeit	750 - 850 kg/cm ²
Elastizitätsmodul	1200 - 1400 kg/mm ²

- 8 -

POOR ORIGINAL

- 8 -

Druckfestigkeit	20 - 22 kg/cm ²
Formbeständigkeit in der Wärme nach Martens	120 - 125°C
Zersetzungstemperatur	340 - 345°C
linearer Wärmeausdehnungskoeff.	35.10 ⁶ mm/mm°C
Durchschlagsfestigkeit	25 kV/mm
Dielektrizitätskonstante	4,2
Dielektrischer Verlustfaktor tg δ bei 50 c/s	0,02
" " tg δ " 800 c/s	0,026
Isolationswiderstand 10 ¹⁸ .10 ¹⁷ Ohm/cm	
Oberflächenwiderstand bei 25°C und 50 % rel. Feuchtigkeit	4.10 ¹³ Ohm.cm
Kriechstromfestigkeit	3400 - 4680 Sec.
Spezifische Wärme nach CSN-ESC	0,27 cal/gr/°C
Lichtbogenfestigkeit nach CSN-ESC	6
therm. Leitfähigkeit bei 25°C	0,28 kcal/m.h.°C
bei 50°C	0,46 " "

Blosses Harz besitzt auch eine gute Wasser- und Chemikalienbeständigkeit. Das Feuchtwerden z.B. beträgt

nach 10 Tagen bei 20°C	0,25 - 0,35 Gew.%
nach 1 Stunde bei 100°C	0,3 - 0,45 Gew.%

Die Chemikalienbeständigkeit nach 1 Woche bei 20°C weist folgende Werte auf:

	% Gewichtsänderung
Athanol	0,085
Butylalkohol	0,012
Benzol	0,085
Trichloräthylen	0,735
Aceton	1,06
Äthylacetat	0,474
30 % HCl	0,068
30 % H ₂ SO ₄	0,065
50 % NaOH	0,059
10 % NaOH	0,010
Eisessig	0,298

- 9 -

POOR ORIGINAL

- 9 -

Dem Aussehen nach wiesen die Prüfmuster keine Änderung auf, nur bei Aceton und Äthylacetat machte sich ein Aufquellen erkenntlich.

Von den Alterungsversuchen wurde langzeitiges Aufwärmen auf 150°C ausgeführt. Die Biegefestigkeitswerte liessen keine praktischen Änderungen nicht einmal nach 6 Monaten merklich. Die Schlagbiegefestigkeit bleibt für 2 Monate unverändert, nach 6 Monaten fällt sie zu 60 % des ursprünglichen Wertes ab. Als Interessant sei da der Einfluß des langzeitigen Aufwärmens auf die Wärmebeständigkeit erwähnt. Beim 6 - 12 monat. Aufwärmen bei 150°C steigt die Wärmebeständigkeit von 110°C zu $140 - 150^{\circ}\text{C}$ empor.

Das Epoxydharz UPON 2000 F hat sich besonders beim Vergiessen von Meßtransformatoren von über 10 kV bewährt. Gegenüber des Öltransformatoren ragen diese insbesondere betreffs der Betriebssicherheit und Raumsparung hervor. Sie haben sich auch bei Aussenmontagen bewährt. Anderes Anwendungsgebiet machen die Blitzsicherungen, Konstruktion der Kapazitätsschalter, Konstruktion elektrischer Maschinen, elektromagnetische Bremsen, Hupfschalter für Eisenbahnen u.ä. aus. Das Harz hat sich auch für die Imprägnierung von Glasfaserstoffen der Isolierungen der Klasse B bewährt. Bei dieser Anwendung werde das Harz in einer Acetonlösung verarbeitet. In diesem Falle hat es alle vorher verwendete Harze an Wärmebeständigkeit übertroffen. So beim Erwärmen des Harzes auf 150°C binnen 30 Tagen fielen die Festigkeitswerte nur um 11 % (von 2230 kg/cm^2 zu 1980 kg/cm^2) ab.

Einen anderen Typ von mit Phtalanhydrid gehärteten Epoxyd - Gießharzen bildet UPON 2400 G. Von dem vorgenannten Typ unterscheidet es sich durch niedrigeres Mol. Gewicht des in reaktiven Glycidäther gelösten Harzes. Die Zugabe von Glycidäther erniedrigt die Viskosität des Harzes soweit, das sie bei 100°C Verarbeitungstemperatur bis zu 40 - 100 CPs herabfällt. Aus diesem Grunde eignet es sich besonders für Imprägnierung von sehr gegliederten Vorrichtungen, wie Feinspulen u.ä. Bei der Imprägnierung einer Induktionspule wurden mit diesem UPON dieselbe Resultate wie beim früher verwandten Transformator - Warmöl - Verfahren erreicht. Auf der mikroskopischen Aufnahme konnten keine Bläschen oder unausgefüllte Stellen nachgewiesen

-10-

POOR ORIGINAL

- 10 -

werden. Der Verlauf des Härungsprozesses ist dem vorgenannten Reaktionstyp ähnlich: zunächst läuft die Esterifikation des Hydroxyls mit Phtalanhydrid und dann die Anlagerung der Karboxyl-Gruppe, welche durch Eröffnung des Phtalanhydrid-Ringes entsteht, an die Epoxyd-Gruppe ab. Mechanische Eigenschaften dieses Harzes ähneln denen des UPON 2000 F, die Formbeständigkeit bewegt sich ähnlicherweise um 105 bis 115°C. Es wird nach der Zugabe von 50 Gewichtsteilen Phtalanhydrid zu 100 Gew.T. des Harzes verarbeitet. Das Aushärtungsregime ist dasselbe wie bei UPON 2000 F, d.h. 20 Stunden bei 100°C usw. Die Lagerfähigkeit des Harzes mit zugesetztem Härter ca bei 100°C ist 1 1/2 bis 2 Stunden. Es wurden bisher noch nicht alle Prüfungen für diesen Typ abgeschlossen, besonders auf dem Gebiet der Alterungsversuche. Man kann aber voraussetzen, daß auch bei diesen Versuchen von dem vorgenannten Typ nicht ziemlich abweichende Werte ermittelt werden.

Für kalthärtende Typen verwendet man reaktive Lösungsmittel, in einigen Fällen mit einem kleinen Zusatz von Dibutylphtalat oder Trikresylphosphat. Es werden Härter benutzt, die bei Kälte reagieren, wie Triäthylentriamin oder Triäthylamin. Triäthylamin ist mehr vorteilhaft, denn es initiiert die Polymerisation der Epoxydgruppe, was bei monofunktionellen Glyzidäthern von Bedeutung ist. Beim Diäthylentriamin nämlich, welches an die Epoxyd-Gruppe angelagert wird, läuft die Reaktion schneller als wie mit den flüssigen Glyzidäthern ab. Es entstehen dadurch niedermolekuläre Produkte, welche sich aus Diäthylentriamin und aus dem monofunktionellen Glyzidäther bilden. Es entsteht also ein niedermolekulares wasseraufnehmendes Produkt, das bis 5 Hydroxyl-Gruppen enthält, und welches sowohl die Wasser- als auch die Wärmebeständigkeit des Harzes herabsetzt. Bei der Anwendung Triäthylamine läuft die Polymerisation der Epoxyd-Gruppe ab. Das Epoxydharz fungiert als vierfunktionell, führt also zu vernetztem Produkt. Durch die Polymerisation der Verbindungen mit einer einzigen Epoxyd-Gruppe bilden sich dann längere Moleküle. Anstatt der Verbindung mit der Epoxyd-Gruppe kann man auch solche verwenden, welche Doppelbindungen enthalten. Neben der Anlagerung der Epoxydgruppe an Polyäthylamin läuft dann auch die Polymerisation der Doppelbindung ab. Weitere Epoxyd-Gießharz-Typen sind UPON 2100 B und 2200 S. Sie sind kalthärtbar, und unterscheiden

- 11 -

POOR ORIGINAL

- 11 -

sich nur an dem Gehalt und Typ der verwendeten reaktiven Lösungsmittel. UPON 2100 B sieht vor dem Aushärten als eine lichtbraune klare Flüssigkeit mit einer Viskosität von ca 1000 cps aus.

Die Verarbeitung wird wie folgt vorgenommen: niederviskoses Harz wird mit dem Härter in einem Verhältnis von 100 : 8 (wenn nicht anders angegeben) an den Etiketten versetzt.

Nach gründlichem Einrühren werden 0,4 Gewichtsteile des Beschleunigers zugefügt und es wird wieder tüchtig gerührt. Das Material ist dann zum abgiessen bereit. Eventuelle entstandene Bläschen können entweder durch Vakuation vor dem Abgiessen entfernt werden (dann ist das Material sehr vorsichtig von einer kleinen Höhe zu gießen) - oder durch Vakuation des eingegossenen Teils. Für die Beseitigung des Bläschen können auch Vibrationen herangezogen werden. Nach der Zugabe des Härters besitzt das Harz eine Viskosität von ca 1000 cps; das Harz muß binnen 2 Stunden verarbeitet werden, denn nach einer längeren Zeit eignet es sich wegen Viskositätserhöhung nicht mehr zum Abgiessen.

Das gehärtete Harz kann nur durch langsames Abquellen in Aceton, Acetaten oder Dimethylolformamid entfernt werden.

Um das Ankleben des Harzes an die Wände der Form zu vermeiden muß eine sorgfältige Imprägnierung durchgeführt werden. Die Separationsschicht an den Wänden der Form kann aus Bienenwachs- oder aus Carnaubawachs-Lösung in Tetrachloräthan bzw. in Trichloräthan hergestellt werden. Auch die Silikonöl-Lösung ist verwendbar.

Das Harz kann mit anorganischen Füllmitteln gefüllt werden. Beim Abgiessen haben sich Kombinationen mit bis 66 % Füllmittel bewährt (1 Teil des Harzes und 2 Teile des Füllmittels), das Abgiessen einer Harzkomination mit 75 % Füllmittel ist schon mit verschiedenen Schwierigkeiten verbunden. Als Füllmittel können Quarzsand, Porzellan- oder Glasmehl, mikrofeiner Asbest, Al_2O_3 , Glimmer u.ä. verwendet werden. Von der Qualität der Füllmittel hängen die Eigenschaften des ausgehärteten Harzes ab.

Das Aushärten des Harzes kann auch bei Zimmertemperatur (20°C) vorgenommen werden. Schon nach 10 Stunden wird ein zäher und ziemlich harter Abgusstück erreicht; um jedoch die maximalen mechanischen Eigenschaften zu erreichen muß man die Aushärtungs-

- 12 -

POOR ORIGINAL

- 12 -

zeit bei unveränderter Temperatur auf 1 Woche verlängern.

Bei erhöhter Temperatur wird die Aushärtungszeit wesentlich kürzer, und zwar:

bei 20 °C	1 Woche
bei 50 °C	10 Stunden
bei 100 °C	1/2 bis 1 Stunde

Mechanische Eigenschaften des gehärteten Harzes (ohne Füllmittel) :

Spezifisches Gewicht	1,15 - 1,18 g/cm ³
Schlagbiegefestigkeit	40 kg/cm ²
Biegefestigkeit	1000 kg/cm ²
Elastizitätsmodul	120 kg/mm ²
Volumenschrumpfung	2 - 4 %
linearer Wärmeausdehnungskoeff.	14,64 · 10 ⁶
Wärmebeständigkeit nach Vicat	90 °C
Wärmebeständigkeit nach Martens	75 °C
Druckfestigkeit nach Brinell	9 - 10 kg/mm ²
Durchschlagsfestigkeit	22 kV/mm
Dielektrizitätskonstante	3,75
Dielektrischer Verlustfaktor tg δ	0,02 bei 50 c/s, 25 °C
Oberflächenwiderstand	3,7 · 10 ¹² .cm
Spezif. Widerstand	12,7 · 10 ¹³ .cm

Chemikalienbeständigkeit des gehärteten Harzes

Die Beständigkeit ist im Gewichtsverlust-% nach 1 Woche bei 20 °C aufgeführt. Es wurden Prüfmuster von 5 · 10 · 15 mm verwandt.

Wasser	0,280 %
Butylalkohol	0,084 %
Aceton	quoll auf
Benzol	0,645 %
Trichloräthylen	16,166 %
Äthylacetat	3,9 %
H ₂ SO ₄ 30 %	0,667 %

- 13 -

POOR ORIGINAL

- 13 -

HNO ₃ 30 %	quoll auf
HCl 30 %	1,771 %
NaOH 10 %	0,275 %
HaOH 50 %	0,728 %

Siedowasserbeständigkeit - nach 24 Stunden Kochens 0,509 %

UPON 2100 B kann besonders für Meßtransformatoren angewendet werden. Die mit ihm eingegossenen Transformatoren besitzen eine erhöhte Sicherheit des Betriebes und sind raumersparend. UPON 2100 B wird in fast allen Abzweigen der Elektrotechnik und auch in der Hochfrequenztechnik angewandt.

Weiterer Typ UPON 2200 S, findet die selbe Anwendungen wie UPON 2100 B. Von den vorgenannten Typ unterscheidet es sich, dem Aussehen nach, dadurch, daß auch nach dem Aushärten klar bleibt, so daß man eingegossene elektrotechnische Bestandteile auch während der Arbeitsverfahren verfolgen kann. Ausserdem zeichnet es sich durch bessere elektrische Eigenschaften und durch eine erhöhte Chemikalienbeständigkeit aus.

Die Herstellung des Harzes sowie die Art seines Aushärtens gleichen denen bei UPON 2100 B.

Mechanische Eigenschaften des gehärteten Harzes
(ohne Füllmittel).

Schlagbiegefestigkeit	20 kg/cm ²
Biegefestigkeit	1000 kg/cm ²
Elastizitätsmodul	260 kg/mm ²
Wärmebeständigkeit nach Wicat	85 °C
Wärmebeständigkeit nach Martens	70 °C
Härte nach Brinell	10 kg/mm ²
Volumenschrumpfung	4 - 6 %
Durchschlagsfestigkeit	20 kV/mm
Dielektrizitätskonstante	3,64
Oberflächenwiderstand	4,2.10 ¹²
spezif. Widerstand	8,4. 10 ¹²

- 14 -

50:39.57/1-19(4)

POOR ORIGINAL

- 14 -

Chemikalienbeständigkeit des gehärteten Harzes.

Die Chemikalienbeständigkeitsprüfung wurde binnen 1 Woche bei 20°C mit Prüfmustern von 10 . 15 . 5 mm vorgenommen und ist in Gewichtsverlust - % wiedergegeben.

Wasser	0,262 %
Butylalkohol	0,038 %
Benzol	0,216 %
Äthylacetat	4,036 %
Trichloräthylen	8,566 %
H ₂ SO ₄ 30 %	0,308 %
HNO ₃ 30 %	quoll auf
HCl 30 %	0,628 %
NaOH 10 %	0,193 %
NaOH 50 %	0,510 %
Kochprobe (24 Stunden)	0,11 %

Das Gießharz UPON 220C S empfehlen wir für Eingiessen von elektrotechnischen Bestandteilen zu verwenden, welche Witterungseinflüssen ausgesetzt sind, oder in einem Milieu der chemischen Korrosion angewendet werden. Mit diesem UPON kann man auch die bei der Arbeitsbelastung zu verfolgende elektrotechnische Bestandteile eingiessen.

Von den besprochenen Typen wurde bisher nur UPON 2000 F betriebsmäßig hergestellt, während übrige Typen nur im Versuchmaßstabe. Aber auch diese werden in diesem Jahr im Betriebsmaßstabe hergestellt.

Im Ausschauplan wollen wir uns bei diesen Harzen mit der Erhöhung ihrer Wärmebeständigkeit und Zähigkeit befassen.

- 15 -

POOR ORIGINAL

- 15 -

Legende zu den Abbildungen.

Abb. 1 - Die Umsetzung Dians mit Epichlorhydrin.

Die Abhängigkeit des Additionsgrades von der Menge des gleichmäßig binnen 2 Stunden zugegebenen Natriumhydroxyds.
 Molarverhältnis: - Dian: Epichlorhydrin : Natriumhydroxyd
 gleicht 1 : 2 : 2.

Abb. 2 - Die Umsetzung Dians mit Epichlorhydrin.

Die Abhängigkeit des Dehydrohalogenationsgrades von der Menge des gleichmäßig binnen 2 Stunden zugegebenen Natriumhydroxyds.
 Molarverhältnis: - Dian : Epichlorhydrin : Natriumhydroxyd
 gleicht 1 : 2 : 2.

Abb. 3 - Die Umsetzung Dians mit Dichlorhydrin.

Die Abhängigkeit des Additionsgrades von der Menge des gleichmäßig binnen 2 Stunden zugegebenen Natriumhydroxyds.
 Molarverhältnis: - Dian : Dichlorhydrin : Natriumhydroxyd
 gleicht 1 : 2 : 4.

Abb. 4 - Die Umsetzung Dians mit Dichlorhydrin.

Die Abhängigkeit des Dehydrohalogenationsgrades von der Menge des gleichmäßig binnen 2 Stunden zugegebenen Natriumhydroxyds.
 Molarverhältnis: - Dian : Dichlorhydrin : Natriumhydroxyd
 gleicht 1 : 2 : 4.

Abb. 5 - Temperaturverlauf der in den Abb. 1-4 aufgeführten Reaktionen.

/Aus analytischen Ermittlungen errechnet/.

- 1 - Reaktion mit Epichlorhydrin /voll/
- 2 - Reaktion mit Dichlorhydrin /gestrichen/

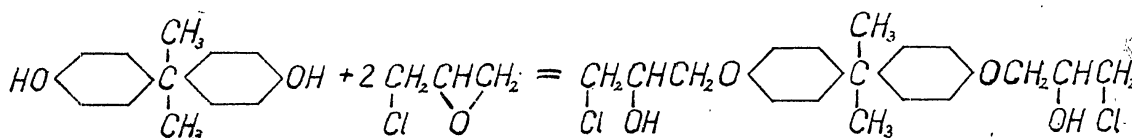
Abb. 6 - Temperaturverlauf der Kondensationsreaktionen /qualitative Ermittlung der Wärmetönung/

- 1 - Reaktion mit Epichlorhydrin /voll/
- 2 - Reaktion mit Dichlorhydrin /gestrichen/

Abb. 7 - Abhängigkeit des dielektrischen Verlustfaktors $\tan \delta$ von der Temperatur bei Freq. 1 kc/s für UPON 2100 B.Abb. 8 - Abhängigkeit des dielektrischen Verlustfaktors $\tan \delta$ von der Freq. für UPON 2100 B und 2200 S /gehärtet bei 20 °C/

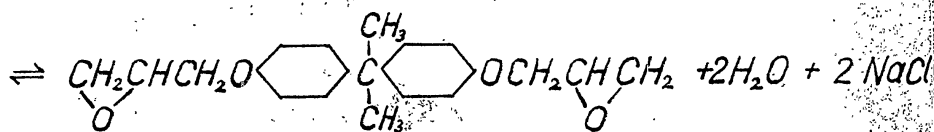
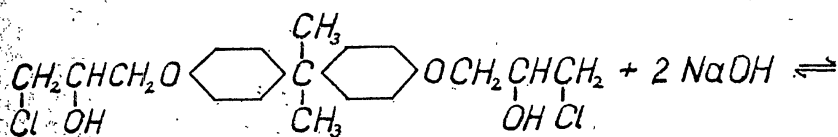
- 1 - UPON 2100 B /gestrichen/
- 2 - UPON 2200 S /voll/

I



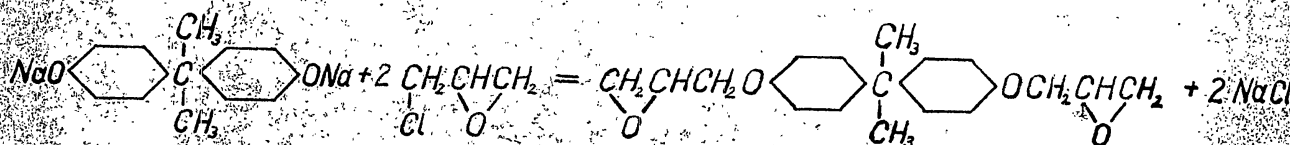
POOR ORIGINAL

II



POOR ORIGINAL

III



POOR ORIGINAL

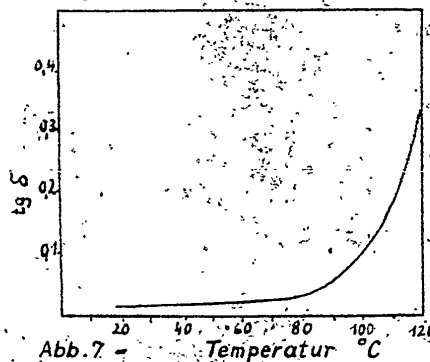


Abb. 7 - Temperatur $^{\circ}\text{C}$

POOR ORIGINAL

A b s c h r i f tDie Verwendung von Epoxydharzen in der Tschechoslovakischenelektrotechnischen Industrie

50X1-HUM

von Dipl. Ing. Starch

*Forschungsinstitut für Starkstromtechnik, Brno*1. Einleitung

Die Epoxydharze haben in der letzten Zeit, insbesondere auf dem Gebiet der Elektrotechnik, stark an Beliebtheit gewonnen. Ihre hervorragenden elektrischen, mechanischen und chemischen Eigenschaften sind heute bereits der verhältnismäßig breiten elektrotechnischen Öffentlichkeit bekannt. Es kommen immer neue Interessenten und es ist offensichtlich, daß die Beliebtheit von Epoxydharzen noch weiter wachsen wird. Es ist wohl die günstige Kombination der Wärmebeständigkeit mit der Wasserbeständigkeit, welche die Aufmerksamkeit des Elektrotechnikers erregt. Diese günstige Kombination stellt die Epoxydharze in eine vorteilhafte Stellung gegenüber manchen anderen wertvollen Neustoffen.

Der Zweck dieses Aufsatzes ist eine Uebersicht über die Lage der Epoxydisolierstoffe in der Tschechoslovakischen elektrotechnischen Industrie zu geben. Die Aufgabe ist beschränkt auf die Starkstromtechnik und außerdem noch speziell auf das bei höheren Temperaturen verwendbare Gießharz. Das Epoxydharz dieser Type wurde in der Tschechoslovakei als Upon 2000 F bezeichnet.

Zuerst soll hier eine kurze historische Uebersicht über das Eindringen des Upens in das Tschechoslovakische elektrotechnische Industriegebiet gegeben werden. Die Tschechoslovakische Elektrotechnik hat im Jahre 1953 unserer chemischen Industrie die Forderung vorgelegt, einen einheimischen Isolierstoff zu entwickeln, welcher dem Schweizerischen Araldit B gleichwertig wäre. Aufgrund dieser Forderung wurde der Forschungsinstitut für synthetische Harze und Lacke in Pardubitz beauftragt, notwendige Forschungen durchzuführen und damit die Voraussetzung für die Einführung in die laufende Fabrikation zustande zu bringen. Die Forschungsarbeiten wurden in dem genannten Institut erfolgreich beendet und dort wurde auch die Halbfabrikation eingerichtet. Mit dem in dieser Halbfabrikation erzeugten Upon wurde der Bedarf unserer Forschungsstellen in den Ressortinstituten und bei den Fabriken gedeckt. Im Anfang

SECRET

POOR ORIGINAL

- 2 -

des Jahres 1956 wurde die regelmäßige Fabrikation des Upens 2000 F in der chemischen Fabrik in Usti n/L. eingeleitet. Im Laufe des ersten Halbjahres begann schon der Aussiger Betrieb zu liefern.

2. Grundlegende Eigenschaften des Upens 2000 F

Das Gießharz Upon 2000 F hat seine hervorragende technologische Eigenschaft in der Tatsache, daß die Polymerbildung durch die Mitwirkung des sogen. Härters erfolgt, ohne daß jegliche Abspaltprodukte entstehen. Für die eigene technologische Verarbeitung des Gießharzes hat diese chemische Reaktion eine große Bedeutung, weil sie unter Normaldruck verläuft. Die sogenannte Aushärtung gibt dem Upon seine verlangten mechanischen und elektrischen Eigenschaften. Es wurde versuchsweise festgestellt, daß Mengeschwankungen des Härters in den Grenzen 10 % der vorgeschriebenen Menge keinen bedeutungswerten Einfluß auf die chemischen, mechanischen und elektrischen Eigenschaften des Upens ausüben. Das übliche Gewichtsverhältnis des Harzes zum Härter ist 100 : 35. Die Erstarrung beim Aushärten des Upens 2000 F erfolgt verhältnismäßig rasch. Die Masse wird in den Formen innerhalb 10 - 15 Minuten hart. Gegenüber Upon hat das analogische Schweizerische Erzeugnis Araldit B die Eigenschaft, daß seine Gebrauchsdauer etwa 30 Minuten beträgt. In dieser Hinsicht ist also Upens 2000 F gegenüber Araldit B im Nachteil.

Das reine Gießharz hat einen verhältnismäßig kleinen Elastizitätsmodul 1/35040 beim Reinharz, 130000 bei Upon mit Quarzsand/. Trotzdem kommen aber manchmal beim Eingießen von starren unelastischen, insbesondere vollmetallischen Stücken Rißbildungen vor. Materialien, die mehr elastisch sind, z.B. Holz, Gummi u.a., sind fähig, die inneren Spannungen auszugleichen. Der Schwund des Reinharzes beträgt 0,5 % bei 100°C Aushärtung und 1,4 % bei 140°C Aushärtung. Die Gefahr der Rißbildung kann man also mildern, bzw. beseitigen durch die Herabsetzung der Aushärtungstemperatur auf 100°C. Die Eigenschaften des Gießharzes Upon lassen sich noch weiter durch Zusatz von verschiedenen Füllmitteln bessern. So z.B. Upon mit Quarzsand /Verhältnis 100 : 250/ hat doppelt so hohe Wärmeleitfähigkeit. Die Füllstoffe vermindern erfolgreich auch den Schwund, dadurch auch die Gefahr der Rißbildung in den Gießlingen.

POOR ORIGINAL

- 3 -

3. Die bisherigen Erfahrungen mit Upon 2000 F

Die Forschungsarbeiten chemischer Natur an Upon 2000 F sind bei dem Forschungsinstitut für synthetische Harze und Lacke in Pardubitz durchgeführt worden. Mit den Forschungsarbeiten über die Verwendungsmöglichkeiten ist der Forschungsinstitut für Starkstromelektrotechnik in Prag beauftragt worden. Kleinere Aufgaben des Entwicklungs- und Forschungscharakters kommen auch bei den Tschechoslowakischen Erzeugungsbetrieben zur Lösung. In diesem Zusammenhang muß man auf der ersten Stelle die elektrotechnische Jul. Fucik Werke in Brünn nennen.

Die erste konkrete Forderung wurde von FJF Brünn vorgelegt. Die Techniker dieses Unternehmens haben entschlossen, die Fabrikation von eingegossenen Meßwandlern unter Benutzung von Upon 2000 F einzuführen. Die Anregung zu diesem Entschluß waren die Vorteile, welche die eingegossenen Meßwandler zweifellos besitzen. Die Ausführung in Epoxydharz ist erstens kleiner an Abmessungen, zweitens kann man die Ueberschlagweite bei Epoxysen kleiner wählen als das bei Porzellan der Pd 1 ist. Dadurch erspart man nicht nur an dem Meßwandler selbst, sondern auch an den Gesamtabmessungen der ganzen Schaltung. Ein weiterer Vorteil der eingegossenen Meßwandler liegt darin, daß sie im Betrieb viel sicherer sind, weil sie kein Öl enthalten. Es wurde auch die Tatsache in Erwägung gezogen, daß im Ausland bereits Fabrikate von anderen Firmen existieren, z.B. der Schweizerischen Fa. Moser Glaser, Maschinenfabrik Oerlikon der Deutschen Fa. AEG u.a. Aufgrund der Forderung von FJF wurden in dem Forschungsinstitut für Starkstromelektrotechnik Forschungsarbeiten eingeleitet, deren Vorlage in folgenden drei Punkten konzentriert ist:

- A. Wie man die einzuziehenden Teile in der Form befestigt,
- B. Wie man die Entstehung der Risse in den Gießlingen vorbeugt,
- C. Wie man die Luftblasenbildung verhindert.

Das Resultat der Forschungsarbeiten ist in dem Forschungsbericht VUSE 2 298 wiedergegeben. Zu den einzelnen Punkten ist in Kürze nachstehendes zu bemerken:

A. Die Befestigung von eingegossenen Teilen

Der Eisenkern mit Wicklung muß in der Form festgehalten werden.

POOR ORIGINAL

- 4 -

Wäre die Befestigung nicht genügend starr, so könnte die Schmelze die Teile auf eine unrichtige Stelle in der Form "abschwenken". Es hat sich die Art des Festkeilens bewährt. Bei dieser Maßnahme wurden Unterlagen, Keile und ähnliche Stücke aus derselben Masse vorbereitet, aus welcher dann das definitive ganze Eingießen des Meßwandlers zu erfolgen hat. Man hat zur Probe ein aus Reinharz vorgegossenes Stübchen in dasselbe Reinharz eingegossen. Die Trennflächen zwischen den Stübchen und der Umgebungsmasse war kaum zu erkennen. Die Unterlagen und Keile, welche bei diesem Versuch verwendet wurden waren völlig ausgehärtet und waren vor dem Gießen nicht besonders zubereitet, z.B. nicht entfettet/.

Wir haben nachgeprüft, ob an der Trennfläche zwischen den vorgegossenen Teilen und der übrigen Masse kein Abfall an dielektrische Eigenschaften erfolgt. Die Durchschläge erfolgten meistens außerhalb der Trennfläche. Die mechanische Festigkeit der Verbindung von vorgegossenen Stübchen mit der übrigen Masse ist ebenfalls hoch und es wurde kein Unterschied zwischen der mechanischen Festigkeit eines einheitlichen Teiles und des kombinierten Teiles zu bemerken. Durch Biegung an denselben ausgeschliffenen Scheiben, welche man für die elektrischen Prüfungen verwendete, wurde festgestellt, daß die Brüche immer außerhalb der Grenzlinie erfolgten.

Die guten Eigenschaften der Verbindung lassen sich durch eine wirklich gute und feste Zusammenschließung der beiden Teile erklären. Aufgrund des hohen Schwundes werden die eingegossenen Teile stark eingeklemmt. Die gewählte Art von Befestigung in der Form wurde demzufolge als ausreichend bezeichnet.

B. Verhindern der Rißbildung in den Gießlingen

Die grundsätzliche Ursache der Rißbildung liegt in dem Schwund, welcher beim Aushärten erfolgt. Die Rißbildung kann man folgendermaßen verhindern:

a/. Die Wahl der passenden Aushärtungstemperatur.

Die Versuche haben gezeigt, daß eine hohe Aushärtungstemperatur wirklich ungeeignet ist. Wir haben verschiedene eiserne Gegenstände gewählt, welche wir in Reinharz eingegossen. Dabei haben wir festgestellt, daß, wenn die Aushärtung bei 150°C erfolgte,

POOR ORIGINAL

- 5 -

kann es zu Rißbildungen an allen Ecken ohne Rücksicht auf die Wandstärke. Wenn aber bei 100°C ausgehärtet wurde, wurden in keinem Fall Risse beobachtet.

b/. Verwendung von Füllstoffen

Der Füllstoff, der in dem Harz gleichmäßig verteilt ist, vermindert beträchtlich den Schwund. Wir haben eine ganze Reihe von Messungen mit Reinharz und mit gefülltem Epox durchgeföhrt. Geprüft wurden Quarzsand, Porzellanmehl und Titanioxyd. Die Versuchsstäbe waren 10 x 10 mm x 150 mm. Aus der Messung ging hervor, daß die Füllstoffe, insbesondere der Quarzsand, den Schwund beträchtlich vermindern und daß sie auch Aushärtung bei höheren Temperaturen ermöglichen.

c/. Elastische Einlagen

Die innere Spannung, welche nach dem Aushärten im Abguß entsteht, könnte man bedeutend herabsetzen, indem man den Gegenstand vor dem Eingießen mit einer elastischen Schicht versieht. Die Zubereitung dieser elastischen Schicht /z.B. aus Gummi/, würde unter Verwendung von vorhandenen Mitteln ziemlich kompliziert und aus diesem Grunde haben wir uns mit dieser Bearbeitungsweise nicht befaßt.

C. Verhindern der Luftblasenbildung in der Isolation

Die Luftblasen in den Abgußstücken können entstehen: durch eine ungenügende Austrocknung des Härter und des Füllstoffes, durch ungenügende Entfernung der Luft aus der Schmelze im Schmelzgefäß, durch das Entströmen der Luft aus dem eingegossenen Teilen.

Dementsufolge kann man nachstehende Maßnahmen treffen:

a/ Der Härter ist am besten bei 150°C auszutrocknen. Die Austrocknungsdauer ist vom Wasserinhalt abhängig und beträgt eine halbe bis eine Stunde. Die Füllstoffe wie Quarzsand und Porzellanmehl können natürlich bei höheren Temperaturen getrocknet werden.

b/ Die Vorbereitung einer "glaten" Schmelze im Schmelzgefäß ist sehr wichtig. Man muß mit Vakuum arbeiten, damit man alle Luftreste aus der Schmelze entfernt und abwarten, bis diese ganz ohne Luftblasen ist. Es ist vorteilhaft, wenn das Schmelzgefäß ein

POOR ORIGINAL

- 6 -

Schaufenster hat, damit man den Stand der Schmelze beobachten kann. Verschiedene Füllstoffe z.B. Porzellanmehl, Quarzmehl u.a. enthalten viel Luft und schäumen stark nachdem man zu evakuieren beginnt. Darum muß man vorsichtig sein, damit der Schaum nicht in die Vakuumleitung eindringt.

c/ Wenn man einen porösen Gegenstand eingießt, entströmt aus diesem nach dem Eingießen die Luft und bildet Luftblasen. Die Luftblasen entkommen ohne Schaden zu verursachen, soweit dies die Viskosität der Schmelze erlaubt. Wenn die Schmelze dicker wird, können die Luftblasen nicht mehr entkommen und bleiben in der Masse. Die Porosität der Gießlinge läßt sich in solchen Fällen durch das Gießen unter Vakuum beseitigen.

d/ Eine andere Art, wie man die Luftblasenbildung verhindern kann ist die, bei welcher man den Gegenstand vor dem Eingießen vortränkt und mit einer undurchlässigen Schicht versieht. Die beste Oberschicht erzeugt man mit Hilfe des Reinharzes.

Zum Schluß des Berichtes wurde konstatiert, daß es möglich sei, die Fabrikation der eingegossenen Meßwandler mit Upon 2000 F ohne besondere Schwierigkeiten einzuführen.

Mit den ersten schärferen Anforderungen der Fabrikation sind aber Schwierigkeiten aufgetaucht, die zwar nicht überraschten, die aber ursprünglich nicht in so einem Ausmaße erwartet wurden. Die Abgüsse wiesen keine Risbildungen nach dem Aushärten auf, haben jedoch die Kurzschlußprüfung nicht bestanden. Sowohl durch die dynamischen als auch durch die Wärmestöße sind Risse erschienen, die angaben, daß in dem ausgehärteten Abguß eine bedeutende innere Spannung war. Es wurden auch Einflüsse auf die magnetischen Eigenschaften des Eisenkernes infolge der starken Einklemmung in Upon beobachtet. Ferner wurde beobachtet, daß sich die elektrischen Eigenschaften an den Trennflächen zwischen den vergossenen Teilen mit der Zeit etwas ändern.

Aus diesen und noch anderen Gründen stammen neue Anforderungen an die Forschung, welche jetzt nachstehende Fragen zu lösen hat:

POOR ORIGINAL

- 7 -

- a. Eine elastische Schicht für die Teile, die zum Eingießen bestimmt sind.
- b. Zubereitung der ~~ver~~gossenen Teile, damit diese verlässlich und dauernd mit der übrigen Masse zusammenfließen.
- c. Eine geeignete Art der Vakuumzubereitung von Füllstoffen
- d. Wie man die Schmelzgefäße und Gießformen reinigt.
- e. Die Bedingungen festzulegen, laut welchen die Lieferungen des Epoxydharzes bei den Verbrauchern übernommen werden.

Soweit über die Verwendung der Epoxydharze in der Tschechoslowakischen Fabrikation der Meßwandler. Das Gießharz Upon 2000 F wurde mit Erfolg auch für die Herstellung der Stützisolatoren und verschiedenen Hilfstteilen für die Hochspannungsschalter ausgeprüft. Man erwägt auch die Verwendung des Upons für die Arbeitskammern der Oelarmenschalter. Diese Arbeiten sind aber zur Zeit in ihrem Forschungsstadium und es wurden bisher noch keine Prüfungen an der Halbfabrikation durchgeführt. Es scheint aber, daß auch auf diesem Gebiete sich die Epoxydharze in CSR langsam durchsetzen.

In unseren elektrotechnischen Fabriken ist außer dem erwähnten brünnener Betriebe bisher kein Arbeitsplatz, wo Upon 2000 F etwas mehr heimisch geworden ist. Man muß hier bloß VEB OKD Stalingrad erwähnen, wo man Upon 2000 F mit Quarzsand zum Einkleben der Pertinaxröhren in die gußeisernen Flansche verwendet. Die Verbindung weist eine hervorragende Festigkeit auf und ist auch wetterbeständig. Upon 2000 F hat sich auf dieser Stelle besser bewährt als der ursprünglich verwendete Klebstoff Upon 1200 F. In dem VEB LZF Pilsen verwendet man Upon 2000 F ebenfalls zum Kleben, insbesondere für die keramischen Teile. In dem VEB KEZ-Entwicklungsbetrieb in Brünn hat man Wicklungsköpfe der Drehstrommotoren in Upon 2000 F eingegossen und erzielte dadurch eine beträchtliche Erhöhung der mechanischen Festigkeit mit Aussicht auf eine sehr gute Verwendung bei den Vibratoren für Bauzwecke.

4. Zusammenfassung

Das Eindringen des Upons 2000 F in das Tschechoslowakische elektrotechnische Industriegebiet ist verhältnismäßig sehr langsam. Auf dem Beispiel des Upons 2000 F sieht man ganz klar alle Schwierigkeiten, die jeder Neustoff überwinden muß um seine verdiente

POOR ORIGINAL

- 8 -

Stellung bei den Verbrauchern zu erobern. Bei Unions 2000 F ist das schlimmste vielleicht schon gelöst worden, es bleibt aber das Problem mancher anderer Neustoffe deren .angel herant den Fortschritt unserer Elektrotechnik. Es ist naheliegend, daß ein besseres Koordinieren der Aufgaben zwischen unseren Maschinenindustrien und unserer Chemie sehr viel bessern kann. Wir vermuten eher, daß man manche grundsätzliche Schwierigkeiten nur durch eine bessere Zusammenarbeit zwischen den Volkedemokratien überwinden kann. Die Einleitung dieses Weges betrachten wir als eine der wichtigsten Aufgaben dieser Tagung.

GLIMMER UND GLIMMER-ISOLIERMATERIALIEN

Glimmer ist ein Material mit Kristallstruktur, das auf der Erde weit verbreitet ist. Auf Grund der Schichtstruktur seiner Kristalle läßt sich Glimmer in sehr dünne Blättchen spalten, die feuerfest, wasserbeständig und widerstandsfähig gegen Säureeinwirkung und elektrische Spannung sind. Diese Blättchen zeigen bei hohen und niedrigen Temperaturen Volumenbeständigkeit und zeichnen sich durch diese Eigenschaft gegenüber den anderen Mineralien aus.

50X1-HUM

Aus der Vielzahl der in der Natur vorkommenden Glimmerarten finden nur zwei Sorten in der Elektrotechnik Verwendung: Muskovit und Phlogopit. Diese Glimmerarten kommen fast überall in Form von grobkörnigen Granit-Pegmatiten, manchmal zusammen mit Feldspat und Quarz, vor. Die Hauptvorkommen des Muskovit befinden sich in Vorderindien, in den USA, in Brasilien, Argentinien, der Sowjetunion sowie in Südafrika. Phlogopitvorkommen sind in Canada, auf Madagaskar und in der Sowjetunion. In einigen Ländern, z.B. in Norwegen, Jugoslawien, Bulgarien und Rumänien findet man ebenfalls kleine Muskovit- und zum Teil auch Phlogopitvorkommen. Geringe Glimmervorkommen gibt es auch in der Tschechoslowakei, in Plana in der Nähe der Mariánská Lázně, in der Umgebung der Domashlitz und Karlowy Vary, sowie an anderen Stellen.

Hierbei handelt es sich nur um Muskovitvorkommen, wobei die Kristalle gewöhnlich kleine Abmessungen, die verschiedensten Formen und einen Glimmergehalt von etwa 1,5 % haben. Die Gewinnung an der Erdoberfläche oder in einer Tiefe von höchstens 150 m ist sehr kostspielig, da zusammen mit dem Glimmer eine große Menge von Fremdgesteinen gefördert werden muß. Gewöhnlich wird der Glimmer gleich am Fundort von der Erde und den Fremdgesteinen befreit und sortiert, da für den Hauptverwendungszweck des Glimmers, d.h. die Elektrotechnik, nur relativ große Kristalle zu benutzen sind und daher etwa 50 % des gewonnenen Glimmers nicht ausgenutzt werden.

Der Abbau, die Aufspaltung, die Reinigung und die Sortierung des Glimmers erfolgen heutzutage gewöhnlich von Hand. Die Sortierung wird nach Abmessungen, Welligkeit, Fleckigkeit, Luft einschließen u.dgl. vorgenommen. Zusammen mit diesen Arbeitsgängen erfolgt meistens auch die Begradigung der Kanten durch Beschneiden sämtlicher Konturen. Die auf diese Weise erhaltenen Glimmerplatten mit einer Dicke von 0,15 bis

POOR ORIGINAL

- 2 -

0,80 mm und einer Fläche von 6 cm^2 bis 700 cm^2 und mehr werden zur Herstellung der verschiedensten Zwischenlagen und Isolier-
teile aus reinem Glimmer, zur Herstellung von Glimmerfenstern
für Öfen und Wasserzeichen, Konstruktionsbauteilen für Rund-
funkröhren und dergleichen verwendet. Die Kondensator-
blättchen (Folien) aus den besten Muskovitsorten mit
einer Dicke von 0,20 bis 0,15 mm und einer Ausdehnung von etwa
 6 cm^2 bis 40 cm^2 werden für die Verstellung der Glimmerkonden-
satoren verwendet. Die dünneren Glimmerplatten ungünstiger Form
werden in den sog. Spaltglimmer aufgespalten, d.h.
in Blättchen mit einer Dicke von 0,015 bis 0,030 mm und einer
Flächengröße von 6 bis 100 und manchmal sogar bis zu 150 cm^2 . Der
Spaltglimmer wird zur Herstellung von Glimmerisoliermaterialien
(Mikanit, Mikafolie, Mikaband u.dgl.) verwendet. Die Aufspaltung
des Glimmers erfolgt hauptsächlich von Hand, da die bisher ge-
bauten Maschinen sich für diese zwar einfache, aber sehr feine
Arbeit nicht bewährt haben. Die Aufspaltung des Glimmers erfolgt
häufig gleich am Fundort, insbesondere gilt dies für Indien,
wo Arbeitskräfte in ausreichender Anzahl für niedrige Löhne zur
Verfügung stehen.

In diesem Produktionsabschnitt entstehen weitere erhebliche
Abfälle, sodaß in der Elektrotechnik durchschnittlich nur 5 %
des gewonnenen Glimmers ausgenutzt werden. Ein Teil der Abfälle
wird in gemahlener Form verwertet, der größte Teil wird jedoch
überhaupt nicht ausgenutzt.

Entsprechend den Forderungen der Glimmer-Isolierstoffpro-
duktion ist eine Klassifikation der Glimmerplatten nach Flächen-
größe und Qualität entwickelt worden. Die in den verschiedenen
Ländern üblichen Klassifikationsverfahren sind sich im Prinzip
gleich und unterscheiden sich nur unwesentlich voneinander.
Sämtliche Glimmersorten (mit Ausnahme des gemahlenden Glimmers)
werden nach der Flächengröße des Rechteckes, das man in die
Konturen eines Glimmerblättchens einzeichnen kann, und nicht
etwa nach der Gesamtflächengröße des Blättchens, sortiert.
Zulässig sind sämtliche nur möglichen Blättchenformen: recht-
eckige, vieleckige, runde und elliptische. Dabei wird gewöhnlich
gefordert, daß das Verhältnis der Seiten des eingezeichneten
Rechteckes nicht größer als 3 : 1 ist und daß die Seitenrisse
nicht über mehr als ein Viertel der Diagonale des Rechteckes
hinausgehen. In untenstehender Tabelle sind die verschiedenen
Glimmersorten mit den entsprechenden Bezeichnungen aufgeführt:

- 3 -

30.100.07/ 1-20 (4)

POOR ORIGINAL

- 3 -

Übersichtstabelle der Glimmersorten

Bezeichnung	Fläche in Quadratzoll			Fläche in cm ²	
6	von 1	bis	2,5	von 6,45	bis 16,1
5 1/2	2,5	bis	3	16,1	bis 19,3
5	3	bis	6	19,3	bis 38,6
4	6	bis	10	38,6	bis 64,5
3	10	bis	15	64,5	bis 96,8
2	15	bis	24	96,8	bis 155
1	24	bis	36	155	bis 232
Spezial	36	bis	48	232	bis 310
Extra-Spezial	48	bis	64	310	bis 413
Extra-Extra-Spezial	64	bis	80	413	bis 516
Over-Extra-Extra-Spezial	80	bis	100	516	bis 645
Over-Over-Extra-Extra-Spezial	100 und darüber			645 und darüber	

Die Sortierung in Bezug auf die Qualität erfolgt entsprechend dem Verwendungszweck (Glimmer für die Optik, Kondensatorglimmer, Glimmer für Rundfunkröhren), oder der Färbung, Fleckigkeit, dem Vorhandensein von Luft einschüssen und dem Oberflächenzustand (Sorte I, II, III usw. oder durchsichtiger, wenig verunreinigter, verunreinigter Glimmer usw., oder weicher und harter Glimmer). Der Spaltglimmer wird ebenfalls nach der Dicke (normal, dünnspaltig oder Sorte I, II, III, IV) und nach der Fleckigkeit (rein oder fleckig) sortiert.

Der gemahlene Glimmer wird nach der Körnigkeit oder nach dem Grad der Verunreinigung sortiert.

Muskovit und insbesondere Phlogopit sind wie die meisten Naturgesteine inhomogene Stoffe. Daher kommt es, daß Kristalle aus ein und demselben Vorkommen sich wesentlich von einander unterscheiden können. Muskovit oder Kaliglimmer ist biegsam und elastisch, rein und fleckenlos, durchsichtig. Bei dickeren Platten ist er von rötlicher oder grünlicher Färbung. Bei einer Temperatur von mehr als 550°C verliert Muskovit etwa 5,5 % seines Gewichtes.

Phlogopit, bei dem es sich um einen Magnesiaglimmer handelt, ist biegsam, weniger elastisch, jedoch von großer Formbeständigkeit und in gewissem Maße spröde. Die Sprödigkeit erklärt sich daraus, daß Phlogopit eine geringere Anzahl von

- 4 -

60:100,52/ 1-20(4)

POOR ORIGINAL

- 4 -

Kristallwassermolekülen enthält als Muskovit. Dieser Umstand ist seinerseits die Ursache für die Lufteinschlüsse, die wahrscheinlich als Spuren des sich bei der Kristallisation im geologischen Zeitalter abgeschiedenen Wassers anzusehen sind. Auf Grund dieser Lufteinschlüsse ist Phlogopit weniger widerstandsfähig bei der Einwirkung von elektrischen Entladungen und beim Durchbiegen. Die Lufteinschlüsse bilden auch die Ursache für den perlmuttartigen oder silbernen Schimmer des Phlogopit. Bei der Erwärmung verliert Phlogopit etwa 2,5 % des Gewichtes und verändert sich bis zu einer Temperatur von 850°C gewöhnlich nicht. Zum Vergleich der beiden Glimmerarten führen wir folgende Werte an: der Tangens des Verlustwinkels für reinen Muskovit beträgt 2 bis 4 $\cdot 10^{-4}$; die elektrische Festigkeit des Muskovits in der zur Plattenfläche senkrecht liegenden Richtung beträgt 200 kV auf 1 mm bei einer Dicke von 0,02 mm; bei Phlogopit erhalten wir einen Wert von etwa 160 kV, wobei die Einwirkung der Spannung in Abhängigkeit von der Dauer wesentlich abnimmt; die Dielektrizitätskonstante des Muskovit beträgt 3 - 9, die des Phlogopit höchstens 5.

Glimmer in der Elektrotechnik

Die gespaltenen Glimmerblättchen verschiedener Dicke bilden entweder direkt das Isoliermaterial selbst oder den Rohstoff für die Herstellung der Isoliermaterialien, und zwar in erster Linie für Hochspannungsmaschinen und für Maschinen der Schwerindustrie. Glimmer besitzt so hervorragende Isoliereigenschaften, elektrische und mechanische Eigenschaften, eine so große Wärme-, Säure- und Wasserbeständigkeit, daß es bisher noch nicht gelungen ist, ihn durch irgendein anderes Material zu ersetzen. Glimmer wird jedoch nur in den Fällen eingesetzt, in denen die Eigenschaften der anderen Isoliermaterialien nicht den gestellten Forderungen entsprechen. Das Hindernis für die Verwendung von Glimmer in großem Maßstab bildet sein relativ hoher Preis, zumal für die Produktion nur hochwertige Glimmerblättchen, die gleichmäßig, ganz, frei von mechanischen Schäden sind und eine Größe von etwa 6 cm² haben, in Frage kommen. Von den beiden Glimmerarten wird in der Elektrotechnik vorzugsweise der hochwertigere Muskovit, und zwar insbesondere der indische Muskovit verwendet.

Auf Grund seiner bedeutenden Wärmebeständigkeit wird Glimmer für die Isolationsklasse C verwendet, wobei die Begrenzung der Betriebstemperatur von den verwendeten Klebstoffen und Unterlagematerialien des jeweiligen Isolierstoffbetriebes abhängig ist.

- 5 -

66-100.277-1-20(4)

POOR ORIGINAL

- 5 -

Die Entwicklung der Glimmer-Isolation

Glimmer wird als elektrisches Isoliermaterial etwa seit dem Jahre 1880 verwendet. Die Verwendung von Glimmerisolation hat auf die Entwicklung der elektrotechnischen Industrie großen Einfluß ausgeübt und ihrerseits die Forderungen nach der Entwicklung von besseren Glimmerisolutionsarten vorangetrieben. Die Entwicklung der Glimmerisolation kann man in vier Etappen unterteilen.

Ursprünglich verwendete man für die Isolierung elektrischer Maschinen unmittelbar die reinen Glimmerblättchen, wobei natürlich nur Blättchen größter Abmessungen in Frage kamen.

Heutzutage wird der reine Glimmer in der Produktion von Rundfunkröhren, Glimmerkondensatoren, elektrischen Zündkerzen, kleinen Kollektoren usw. verwendet, d.h. in solchen Fällen, in denen man Glimmer kleiner Abmessungen gebrauchen kann und die Isolation eine große Festigkeit aufweisen muß. Eine solche Isolation, die als Isolationsklasse C gilt, wird durch Stanzen oder Ausschneiden von Muskovit hergestellt und findet in der Schwachstromtechnik Verwendung. In der Starkstromtechnik wird dieses ursprüngliche Isolierungsverfahren nicht mehr in Anwendung gebracht. Bei einem solchen Verarbeitungsverfahren könnte nur 1 % des in der ganzen Welt gewonnenen Glimmers ausgewertet werden.

In der nächsten Entwicklungsstufe der Glimmerisolation erscheint die geklebte Glimmerisolation, durch deren Verwendung die Ausnutzung des geförderten Glimmers auf etwa 5 % gesteigert wird, wobei allerdings nur hochwertiger Glimmer eingesetzt werden darf.

Bei diesem Verfahren wurden die Spaltglimmerblättchen mit einer Dicke von 0,015 bis zu 0,030 mm und einer Flächenausdehnung von 6 bis 100 cm² aufeinander geschichtet und mit Lack zu Platten bzw. biegsamem Plattenmaterial zusammengeklebt oder zu anderen Glimmerisoliermaterialien (Rollenmaterial, auf Unterlagen aufgeklebt,) verarbeitet. Das dickere Plattenmaterial erhielt die Bezeichnung *M i k a n i t*, das biegsame Plattenmaterial die Bezeichnung *M i k a f o l i e*. Mikanit und Mikafolie verwendete man zunächst für Isolierrohre und Manschetten. Als Klebemittel benutzte man anfangs Shellack, später die synthetischen Glyphtal-Asphalt- und anderen Lacke. Die Entwicklung der chemischen Industrie und die Schaffung neuer Lacke ermöglichten die Herstel-

- 6 -

60:100.57/ 1-20(4)

POOR ORIGINAL

- 6 -

lung neuer geklebter Glimmer-Isoliermaterialien. Es wurden die Silikonverbindungen und mineralischen Klebstoffe entwickelt die mit Erfolg eingesetzt wurden. Mikanit besteht nur aus Glimmer und Klebelack. Für die Herstellung von Mikafolie wird außerdem noch eine Unterlage aus festem Zellulosepapier verwendet. Für die Rollen-Isoliermaterialien werden als Unterlage Watist, Seide, Glasgewebe oder dünnes Papier benutzt. Als Oberschicht verwendet man manchmal Spezial-Telefonpapier.

Die obenaufgeführten Isoliermaterialien werden in den verschiedensten Formen auch heute noch verwendet, wobei zu erwähnen ist, daß inzwischen neue Sorten wie z.B. Schleifmikanit, Asphalt-Mikafolie u.dgl. entwickelt wurden. Trotz der Tatsache, daß diese Materialien äußerst wichtig für die elektrotechnische Industrie sind und daß man zwecks Erhöhung der Rentabilität der Produktion in den letzten 50 Jahren wissenschaftliche Forschungsarbeiten in einem relativ großen Maßstab auf diesem Gebiet durchgeführt hat, ist es erst teilweise gelungen, die Produktion zu mechanisieren. Für die Herstellung von Mikanit wurden Turmmaschinen entwickelt; doch die durch Handarbeit gewährleistete Qualität des Mikanits wurde nicht erreicht. Für die Fertigung von Mikafolie wurden Maschinen mit Durchlauftrocknung und -lackierung entwickelt, wobei die Glimmerblättchen von Hand eingelegt wurden. Die Qualität der Isoliermaterialien schwankt selbst bei Verwendung des besten Rohmaterials, da sie von der Qualifizierung des Personals und der Sorgfalt bei der Arbeit abhängt. Bei diesem Herstellungsverfahren beträgt die Schichtleistung einer Arbeitskraft etwa 2 kg.

Etwa um das Jahr 1920 beginnt die dritte Entwicklungsstufe der Glimmerisolation, die durch die bessere Verwertung des reinen Glimmers charakterisiert wird. Auf Grund der Tatsache, daß Isoliermaterialien aus gemahlenem Glimmer und Glimmerblättchen mit einer Flächengröße von weniger als 6 cm^2 verwendet werden, erhöht sich der Ausnutzungsgrad des geförderten Glimmers für die Elektrotechnik auf 7 %.

Die Glimmerabfälle und der geförderte Glimmer minderwertiger Qualität werden zunächst in den verschiedensten Mühlen, wie sie gewöhnlich für die Zerkleinerung von Mineralien Verwendung finden, z.B. Trömmelmühlen oder Spezialmühlen für die Glimmermahlung, in nassem und trockenem Zustand zerkleinert. Dabei ergibt sich ein Pulver mit einer Korngröße von 0,5 bis 2 mm^2 , oder sogar von weniger als 50 Mikron (feingemahlener

60:100.57/ 1-20(4)

POOR ORIGINAL

- 7 -

Glimmer) oder mit einer Schuppengröße von 3 bis 10 mm². Der Pulver- oder schuppenförmige Glimmer fand im Bauwesen für die Stuckarbeiten, in der Gummiindustrie als Füllstoff sowie in der Lackfarbenindustrie als Pigment für die Herstellung von Antikorrosions- und Elektroisolierüberzügen Verwendung.

Aus dem Gemisch von einwandfreien gemahlenem Glimmer und leichtschmelzbarem Glas ergibt sich bei einer Temperatur von 400-650°C die Spezial-Isolierplastmasse M i k a l e x. Mikalex ist ein anorganisches Isoliermaterial, das annähernd die gleichen Eigenschaften wie die keramischen Isoliermaterialien hat. Mikalex kann von Hand und maschinell bearbeitet werden, kann zusammen mit Metallteilen gepreßt, kann in Scheiben und Zwischenlagen gestanzt werden. Mikalex ist wasserbeständig und hat eine Wärmebeständigkeit bis zu annähernd 400°C und ist daher eines der brauchbarsten Isoliermaterialien für die tropischen Gebiete. Mikalex wird gewöhnlich als Plattenmaterial in der Größe von 500 x 400 mm mit einer Dicke von 8 bis 25 mm oder in Stangen von 8 bis 28 mm Länge hergestellt. Aus Mikalex können Teile verschiedenster Form gefertigt werden.

Mikalex wird insbesondere für die Hochfrequenztechnik verwendet, für Abschirmkammern, für die Klembretter der Elektromotoren, die unter schweren Betriebsbedingungen arbeiten, für Bürstenhalter, Kondensatoren, für verschiedene Paßteile u.dgl.

In der letzten Entwicklungsetappe der Glimmer-Isoliermaterialien wurde ein Verfahren ausgearbeitet, bei dem die Glimmerabfälle und die kleinen defekten Kristalle, die bisher in der Elektrotechnik nicht verwertet werden konnten, in einen dünnen Glimmerbrei verwandelt werden, der dann als Rohstoff für das Platten- und Rollenmaterial, das wiederum für die Herstellung der geklebten Isoliermaterialien verwendet wird, und als Rohmaterial für den Preßglimmer dient. Die Bearbeitung des Glimmers erfolgt auf thermischen, chemischen und mechanischen Wege. Die neue Fertigungstechnologie basiert auf der Ausnutzung des Haftvermögens der Glimmerteilchen, wodurch die Herstellung von Platten großer Abmessungen bzw. von Paßteilen ohne Verwendung von Klebstoffen ermöglicht wird.

Durch dieses neue Verarbeitungsverfahren wird der Ausnutzungsgrad des Glimmers für die Elektrotechnik fast um 100 % gesteigert. Die durchschnittliche Schichtleistung eines Arbeiters erhöht sich dadurch auf 10 kg Glimmermaterial.

- 8 -

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBI. 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

- 8 -

Es sind mehrere Verfahren für die Zerkleinerung des Glimmers bekannt geworden, für die auch Patentrechtscheinigungen erteilt wurden. All diese Arbeitsverfahren lassen sich jedoch in zwei Grundmethoden zusammenfassen.

Die erste Methode besteht in der Aufblähung des Glimmers unter Einwirkung einer hohen Temperatur. Der Glimmerronling oder die Glimmerabfälle werden zunächst von Verunreinigungen befreit und die größeren Kristalle werden gespalten. Dann erfolgt die Aufblähung bei einer Temperatur von 700 bis 900°, die, je nach Glimmersorte, 10 bis 20 Minuten dauert. Nach dieser Wärmebehandlung wird der Glimmer schnell in Wasser oder Säure oder in eine Karbonatlösung und danach wieder in eine Säure, z.B. in eine 5-prozentige Salzsäurelösung, getaucht. Dann wird der Glimmer zusammen mit der zweiten Tauchflüssigkeit in den Mischer gegeben. Hier bildet sich eine Glimmersuspension mit dem Verhältnis Glimmer:Flüssigkeit von etwa 1 : 100.

Aus dem Mischer kommen reine Glimmerschuppen ohne Verunreinigungen und fremde Zusätze, wie z.B. Quarz, Feldspat usw. heraus. Die Glimmersuspension kann im Vakuumfilter auf eine konstante Konzentration von 10-% gebracht werden und bildet dann einen wichtigen Rohstoff für die Fertigung von Platten aus verarbeitetem Glimmermaterial.

Bei der anderen Methode wird der Glimmer in einer Schleudermühle mit einem starken Strahl einer Flüssigkeit, z.B. Alkohol, destilliertes Wasser oder dgl., bearbeitet. Der Flüssigkeitsstrahl trifft auf die Kanten der Glimmerkristalle und spaltet sie in Teilchen von einigen Tausendstel Millimeter Dicke. Der dabei entstehende zerkleinerte Glimmer wird zu einer Fertigungsanlage für Plattenmaterial geleitet. Nach der Bildung der Glimmersuspension erfolgt die weitere Bearbeitung nach beiden Fertigungsverfahren auf der gleichen Maschine mit Trommelsieb, ähnlich den Maschinen, die in der Papierindustrie Verwendung finden. Diese Maschine soll jedoch besonders dem unterschiedlichen Charakter des zerkleinerten Glimmers angepaßt sein.

Die Glimmer-Grundsuspension (0,25 - 1,5 %) bildet auf den Sieben der Maschine Platten bestimmter Dicke, die nach der Trocknung zu Rollen aufgewickelt werden. Um die hygroskopischen Eigenschaften zu verringern, kann man der wäßrigen Glimmersuspension z.B. Silikonöle (Emulsionen) zusetzen. Für den gleichen Zweck kann auch Chloristen in gasförmigem Zustand verwendet werden. Eine Verbesserung der me-

- 9 -

ss. 100.57/1-20 (4)

POOR ORIGINAL

- 9 -

mechanischen Eigenschaften kann durch Zusatz von Zellulose-, Asbest- oder Glasfaser erreicht werden.

Die Glimmersuspension mit dem Zusatz einer bestimmten Menge von Harzen, Klebstoff und Mineralfaser bildet ein Material, das für die Pressung von Platten oder Isolierpaßteilen geeignet ist.

Die Mechanisierung der Produktion der Isoliermaterialien aus Spaltglimmer ist gewöhnlich mit einer Verschlechterung der Qualität verknüpft und ist äußerst schwierig. Letzteres kann man aber auf keinen Fall von der Produktion der Isoliermaterialien aus verarbeitetem Glimmer behaupten. Hier sind nicht nur alle Voraussetzungen für eine erfolgreiche Mechanisierung gegeben, sondern hier ist sie einfach die unumgängliche Bedingung für die Erreichung eines gleichmäßigen und hochwertigen Produktes. Die Fertigungsanlage muß den Anforderungen des Produktionsprozesses für die jeweilige Glimmersorte und dem Verwendungszweck des Fertigproduktes angepaßt sein.

Der Produktionsprozess wird in mehrere Abschnitte unterteilt: die Aufbereitung und Reinigung des Glimmers; die Zerkleinerung des Glimmers, bei der der dünne Glimmerbrei entsteht und die manchmal Maßnahmen zur Verringerung der Hygroskopischen Eigenschaften einschließt; die Fertigung des Plattengrundmaterials (Bearbeitung auf der Maschine, ähnlich der Papierfabrikation) und die eigentliche Herstellung der Isoliermaterialien (Mikanit, Mikafolie, Mikaband, Nutenisolation usw.).

Die Technologie der Isolation mit den neuen Isoliermaterialien unterscheidet sich heutzutage kaum von der Isolierung mit Materialien aus Naturglimmer, und es können daher in den meisten Fällen dieselben Ausrüstungen benutzt werden. Lediglich einige Maschinen- und Werkzeugteile müssen der Eigenart der Materialbearbeitung angepaßt und darüber hinaus die technologischen Anweisungen strengstens eingehalten werden.

Die erste Etappe der Verwendung von verarbeitetem Glimmer wird durch das Bestreben charakterisiert, den Naturglimmer unter Beibehaltung derselben Isolationsarten vollständig durch verarbeiteten Glimmer zu ersetzen.

In der zweiten Etappe werden vor allem die Forschungsarbeiten große Bedeutung erlangen, die sich die Entwicklung neuer einfacherer Isolationsarten auf der Grundlage der Erfahrungen, die man bei der Untersuchung der Eigenschaften der neuen Materialien gemacht hat, zum Ziele setzen.

- 10 -

60-100,577-26 (4)

POOR ORIGINAL

- 10 -

Isoliermaterialien aus verarbeitetem Glimmer

Der verarbeitete Glimmer wird als Rohstoff in der Produktion von Isoliermaterialien in Form von Glimmerbrei oder Platten verwendet. Durch Lackierung, Trocknung, Schneiden und Aufeinander-schichten zu der erforderlichen Dicke erhält man Mikanit. Der weitere Fertigungsprozess, d.h. das Pressen und die Bearbeitung der Kanten gleicht dem Produktionsverfahren bei den Isoliermaterialien aus Naturglimmer.

Durch Aufkleben der Platten auf eine Unterlage erhält man Mikafolie und Mikaband. Die Lackierung der Oberfläche, die Trocknung, das Aufwickeln der Rollen und das Auseinanderschneiden der Bänder erfolgen ebenfalls in der gleichen Weise wie bei den Erzeugnissen aus Naturglimmer.

Die Herstellung der Nutenisolation unterscheidet sich nur dadurch von der bei Naturglimmer üblichen Arbeitsweise, daß zusätzlich eine Oberschicht aus Glasgewebe aufgeklebt wird. Aus dem als Brei aufbereiteten Glimmer werden Paßisolierteile und Tafeln gefertigt.

Die Produktion dieser neuen Isoliermaterialien, deren Eigenschaften große Aufmerksamkeit verdienen, stellt einen großen Fortschritt auf dem Gebiet der Isolationstechnik dar. Obgleich die Eigenschaften der Platten aus verarbeitetem Glimmer nicht mit denen der Blättchen aus reinem Glimmer verglichen werden können, überragen die fertigen Erzeugnisse, d.h. die Kombinationen aus verarbeitetem Glimmer und den entsprechenden Klebstoffen und Unterlagen in ihrer Gleichmäßigkeit, in ihren mechanischen und elektrischen Eigenschaften die Materialien aus reinem Glimmer. Die gleichmäßige Dicke, die gleichmäßige Verteilung des Klebematerials, die bei den aus Naturglimmer hergestellten Isoliermaterialien sehr schwer zu erreichen ist, die Homogenität sowohl des Isoliermaterials als auch der daraus gefertigten Isolation, die besseren und gleichmäßigeren elektrischen Eigenschaften, das geringere spezifische Gewicht, die große Zugfestigkeit, die Eignung zum Stanzen und zur Herstellung von Paßteilen (Keile, Röhren, Manschetten), all diese Eigenschaften stellen die Vorteile der Isolation aus verarbeitetem Glimmer dar. Man kann wohl annehmen, daß diese Materialien auf Grund der obenaufgeführten Vorteile noch mehr als zuvor Eingang in die Produktion finden und schließlich sämtliche Isoliermaterialien aus Naturglimmer und die organischen Isolierstoffe verdrängen werden. Schon heute werden die gleichmäßigen Mikanit-

- 11 -

56105.5771-26 (4)

POOR ORIGINAL

- 11 -

zwischenlagen aus verarbeitetem Glimmer mit Erfolg anstelle des Mikanit aus Spaltglimmer verwendet. Bei einer großen Tafeldicke findet das neue Mikanit auch für Konstruktionsbauteile mit Erfolg Verwendung.

In allen technisch entwickelten Ländern wird der Fertigung dieser neuen Isoliermaterialien große Beachtung geschenkt. Die Materialien werden unter den verschiedensten Warenbezeichnungen gehandelt. Die schweizer und französischen Erzeugnisse tragen die Bezeichnung "Samica", in der Sowjetunion spricht man von "Sljudinit", in den USA von "Isomica" und "Micemat", in Ungarn von "Mikale", in der DDR von "Nowomikinit". In der Tschechoslowakei ist die Bezeichnung "Remica" üblich und die entsprechenden Isoliermaterialien werden "Remicanit", "Remicafolie" usw. genannt.

Das Rollenmaterial aus verarbeitetem Glimmer wird hauptsächlich in einer Dicke von 0,020 bis etwa 0,100 mm und einer Breite von 500 bis 1000 mm gefertigt. Die Zugfestigkeit liegt zwischen 0,10 bis 10 kg/mm². Die Durchschlagsspannung ist in untenstehender Tabelle aufgeführt. Die elektrische Festigkeit des verarbeiteten Glimmers in Platten oder Rollen ändert sich bis zu einer Temperatur von 350° fast gar nicht und nimmt bei hohen Temperaturen nicht ab.

Durchschlagsspannung einer Platte aus verarbeitetem
Glimmer (ohne Zusatz) bei 50 Hz, 20°C und 60 %
relativer Feuchtigkeit

Dicke in mm	Durchschlagsspannung in V
0,025	1200
0,030	1400
0,040	1750
0,050	2200
0,060	2650
0,070	3100
0,080	3500
0,090	4000
0,100	4500

Der verarbeitete Glimmer in Platten und Rollen ist bis zu etwa 750°C feuchtfest und wärmebeständig. Er zerfällt jedoch in Wasser und in Flüssigkeiten, die Wasser absorbieren. Das Wasseraufnahmevermögen bei 20°C und 65% relativer Feuchte beträgt nach 24 Stunden etwa 0,9%, nach 24 Stunden bei einer relativen

- 12 -

POOR ORIGINAL

- 12 -

Feuchtigkeit von 95 % - etwa 1,5 %. Als Elektroisolation ist er nur für eine trockene Umgebung geeignet, wo gute Isoliereigenschaften bei hohen Temperaturen gefordert werden. Falls notwendig können die Platten aus dem verarbeiteten Glimmer getränkt und dadurch die Feuchtigkeitsbeständigkeit gesteigert werden. Dadurch wird jedoch häufig die Wärmebeständigkeit herabgesetzt. Für die Tränkung werden sowohl organische als auch anorganische Stoffe verwendet.

Die mechanischen Eigenschaften des Plattenglimmers können durch Kombination mit Mineralfaser erheblich verbessert werden. Die erforderliche Dicke des Kollektormikanits kann bei Mikanit aus verarbeiteten Glimmer ohne Schleifen erreicht werden. Die Streuung der Dickenwerte liegt bei Platten ohne weitere Bearbeitung in kleineren Grenzen als bei Mikanit aus Spaltglimmer nach dem Schleifen. Das Kollektormikanit aus verarbeiteten Glimmer läßt sich sehr leicht schleifen, wodurch es möglich wird, für die Dicke kleinere Toleranzen zu erreichen als die Standardbestimmungen vorschreiben. Bei Kollektormikanit aus verarbeiteten Glimmer werden Erscheinungen wie Verrutschen der Platten, Herauslaufen des Klebelackes, Konzentration des Lackes an bestimmten Stellen, wie dies bei Mikanit aus Spaltglimmer vorkommt und dadurch eine einwandfreie Isolierwirkung unmöglich macht, nicht beobachtet.

Mikanit aus Spaltglimmer wird bei einer Temperatur von 250°C unter einem Druck von 1100 - 1200 kg/cm² zerkleinert. Mikanit aus verarbeiteten Glimmer hält jedoch einen Druck von 1800 kg/cm² aus. Die Druckfestigkeit des neuen Mikanits beträgt 10 % gegenüber einem Wert von 8 % bei dem früher gefertigten Mikanit. Beim ersten Zusammenpressen mit einem Druck von 600 kg/cm², zunächst in kaltem Zustand und dann bei 250°C, beträgt die Druckfestigkeit des neuen Mikanits 8 % gegenüber 6 % bei Mikanit aus Spaltglimmer. Dieser Umstand muß bei der Bestimmung der Dicke für die Kollektorisolation aus dem neuen Mikanit berücksichtigt werden. Die Elastizität der beiden Mikanitarten ist fast gleich und gestattet einen Ausgleich der temperaturbedingten Ausdehnungen von Kupfer und Stahl, die für die Herstellung der Kollektoren Verwendung finden. Das neue Mikanit läßt sich besser stanzen als Mikanit aus Spaltglimmer. Bei einer Dicke bis zu 0,80 mm läßt sich das neue Mikanit leicht schneiden. Bei einer größeren Dicke empfiehlt sich die Ver-

- 13 -

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBI. 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

- 13 -

wendung einer Scheibensäge. Eine gleichmäßige Dicke gewährleistet eine günstigere Druckverteilung am Kollektor und eine höhere Druckfestigkeit, wodurch eine weitgehende Stabilisierung des Kollektors erreicht wird. Die relativ gute Stanzbarkeit erleichtert die Fertigung kleiner Isolierplatten. Aus seiner geringen Härte kann man schließen, daß sein Verschleiß sich nicht wesentlich von dem des Kupfers unterscheiden wird. Das spezifische Gewicht des neuen Mikanits liegt zwischen 2,1 und 2,2 g/cm³. Bei dem früher gefertigten Mikanit betrug es 2,6 g/cm³. Die flüchtigen Bestandteile belaufen sich auf 2 - 5 %, die Toleranz der Dicke beträgt $\pm 0,02$. Bei einer Dicke über 0,80 mm beträgt die Toleranz $\pm 0,03$ mm ohne Schleifen. Die Durchschlagsspannung des neuen Mikanits ist höher als bei Mikanit aus Spaltglimmer. Die elektrische Festigkeit bei 20°C und 40 % relativer Feuchtigkeit erreicht den Wert von 70 kV/mm. Die Druckfestigkeit beträgt bei einem Druck von 500 kg und 250°C etwa 5,5 %. Die Elastizität nach der Stabilisierung beträgt etwa 2,5 %. Die Abmessungen des neuen Mikanits sind gleich den Abmessungen des Mikanit aus Spaltglimmer, d.h. es wird ebenfalls in Platten von 500 x 1000 mm mit einer Dicke von 0,3 bis 1 mm, manchmal auch bis zu 2 mm, hergestellt.

Hitzebeständiges Mikanit ist nach der Verdampfung des Klebemittels bis zu 700°C formbeständig und zerfällt nicht. Dabei tritt keinerlei Rauch oder Geruch auf. All diese Eigenschaften fehlen jedoch bei Mikanit aus Spaltglimmer. Der Isolationswiderstand zwischen dem Draht eines Heizelementes und dem Gehäuse des elektrischen Bügeleisens bei 480°C und nach der Abkühlung auf 20°C liegt in dem Bereich von 6×10^4 bis zu 8×10^5 , gegenüber 1×10^3 bis zu 3×10^4 bei Mikanit aus Spaltglimmer. Das spezifische Gewicht des neuen Mikanits beträgt 2,3 g/cm³ im Vergleich zu 2,5 g/cm³ bei Mikanit aus Spaltglimmer. Die Dicke ist gleichmäßiger. Der Abbrand des Klebemittels liegt zwischen 1,5 und 2 % anstelle von 3 %. Das neue hitzebeständige Mikanit läßt sich besser stanzen und hat bessere elektrische Eigenschaften. Die Durchschlagsspannung bei verschiedenen Dicken ist in untenstehender Tabelle aufgeführt. Das hitzebeständige Mikanit wird in Platten zu 1000 x 500 mm mit einer Dicke von 0,10 bis 0,60 mm, manchmal auch mehr, hergestellt.

- 14 -

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBl. 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

- 14 -

Durchschlagspannung des hitzebeständigen Mikanits

Dicke in mm	Mikanit aus Spaltglimmer		Mikanit aus verarbeiteten Glimmer	
	Durchschlags- spannung	Minuten- prüfung	Durchschlags- spannung	Minu- tenpr.
0,10	7 000 V	5 000 V	7 000 V	6 000 V
0,20	10 000 V	7 000 V	12 000 V	9 000 V
0,30	13 500 V	9 500 V	15 000 V	13 500 V
0,40	16 500 V	12 500 V	19 000 V	13 000 V
0,50	21 000 V	15 000 V	23 000 V	21 000 V
0,60	24 000 V	17 000 V	26 000 V	24 000 V

F o r m m i k a n i t aus verarbeitetem Glimmer zeigt eine gleichmäßigere Dicke und gleichmäßigere Verteilung des Klebmittels als Mikanit aus Spaltglimmer. Aus dem neuen Mikanit kann man Erzeugnisse komplizierterer Form und besserer Qualität herstellen. Die Formtemperatur und die Wärmebeständigkeit kann durch Verwendung entsprechender Lacke gesteigert werden. Das spezifische Gewicht des hitzebeständigen Mikanit aus verarbeitetem Glimmer liegt im Bereich von 1,9 bis 2,1 g/cm³. Der Klebstoffgehalt beträgt etwa 25 %, der Glimmergehalt etwa 75 %. Die Durchschlagsspannung beträgt bei einer Dicke von 0,10 mm etwa 5 kV, bei einer Dicke von 1 mm etwa 35 kV. Das Formmikanit aus verarbeitetem Glimmer wird in Platten mit den gleichen Abmessungen wie bei Mikanit aus Spaltglimmer gefertigt, d.h. 1000 x 500 mm (manchmal auch größer) mit einer Dicke von 0,10 bis 1 mm und mehr.

Das **F l e x i b l e M i k a n i t** aus verarbeitetem Glimmer besitzt im kalten Zustand eine größere Biegsamkeit als Mikanit aus Spaltglimmer. Gewöhnlich wird das Mikanit auf Papier oder Gewebe, am besten auf Glasgewebe aus alkalifreiem Glas, geklebt. Das flexible Mikanit aus verarbeitetem Glimmer hat ein spezifisches Gewicht von 1,7 - 1,9 g/cm³, der Klebstoffgehalt beträgt etwa 20 %, der Glimmergehalt etwa 70 %. Die Durchschlagsspannung beträgt bei einer Dicke von 0,15 mm etwa 5 kV, bei einer Dicke von etwa 0,5 mm 15 kV. Mikanit wird in Platten zu 1000 x 500 oder 1000 x 1000 oder in Rollen mit einer Breite von 500 oder 1000 mm und einer Dicke von 0,15 bis 60 mm gefertigt.

Die **M i k a f o l i e** wird aus Platten aus verarbeitetem Glimmer mit äußerst geringen Dicketoleranzen hergestellt. Daher hat eine aus einer Mikafolie aus verarbeitetem Glimmer gefertigte Isolation eine gleichmäßigere Dicke. Mikafolie aus verarbeiteten

- 15 -

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBL 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

- 15 -

tem Glimmer ist homogener, sehr kompakt und formbeständig bei hohen Temperaturen, wodurch die temperaturbedingte Deformation der Wicklungsisolation bedeutend seltener auftritt. Die Isolation aus diesem Mikanit hat bessere dielektrische Eigenschaften.

Die helle Mikafolie, die aus Platten aus verarbeitetem Glimmer, die auf eine Unterlage aus Natron-Zellulose-Papier geklebt werden, besteht und eine Dicke von 0,05 mm hat, wird in der gleichen Weise wie die Mikafolie aus Spaltglimmer bearbeitet. Ihre elektrischen Eigenschaften sind besser und gleichmäßiger. Die Durchschlagsspannung ist höher. Die Durchschlagsspannung, die bei der Prüfung eines auf einen Dorn von 25 mm ^{Durchmesser} gepreßten Rohres bei einer Wanddicke von 0,5 mm gemessen wurde, beträgt etwa 20 kV. Bei einer Wanddicke des Rohres von 1 mm beträgt sie etwa 35 kV. Der Tangens des dielektrischen Verlustwinkels, der an einem runden gepreßten Stab (Durchmesser 25/29 mm) bei 10 kV, 50 Hz und einer Temperatur von 20°C gemessen wurde, beträgt etwa 0,04, bei 90°C etwa 0,23 gegenüber 0,30 bei Mikafolie aus Spaltglimmer.

Die Asphaltmikafolie hat die gleichen Vorteile wie die helle Mikafolie und ihre dielektrischen Eigenschaften sind besser als die der Mikafolie aus Spaltglimmer. Der Tangens des dielektrischen Verlustwinkels, der unter den gleichen Bedingungen gemessen wurde wie bei der hellen Mikafolie, d.h. bei 10 kV, einer Temperatur von 20°C, beträgt bei der Asphaltmikafolie aus verarbeitetem Glimmer 0,02 gegenüber einem Wert von 0,05 bei dem gleichen Material aus Spaltglimmer. Bei einer Temperatur von 90°C hat die neue Mikafolie einen Tangens Delta von etwa 0,10 im Vergleich zu 0,15 bei dem Material aus Spaltglimmer.

Zur Gewährleistung einer hochwertigen Qualität der fertigen Stäbe müssen Aufwickeln und Pressen äußerst sorgfältig ausgeführt werden, damit in das Innere der Isolation keine Luft oder Feuchtigkeit gelangen können und die Kontinuität der Isolation nicht unterbrochen wird. Mikafolien aus verarbeitetem Glimmer können in Platten oder Rollen von 500 mm oder 1000 mm Breite und 0,10 bis 0,20 (und mehr) Dicke hergestellt werden, d.h. in der gleichen Weise wie die Mikafolien aus Spaltglimmer.

Mikaband (Mikalenta) wird durch Zusammenkleben von Platten aus verarbeitetem Glimmer mit einer Unterlage aus Glasgewebe hergestellt. Das dabei entstehende Material wird in Bänder zerschnitten. Im Vergleich zu dem Mikaband aus Spaltglimmer hat das neue Mikaband eine gleichmäßigere Dicke, eine höhere Durchschlagsspannung, eine größere Biegsamkeit, höhere Wärmebeständigkeit und geringere dielektrische Verluste. Die gleichmäßige Dicke des

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBI. 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

- 16 -

neuen Mikabandes gewährleistet die Erzielung einer kompakten und homogenen Isolation ohne Luft einschüsse. Die Durchschlagsspannung des neuen Asphaltbandes beträgt 2 kV (gegenüber 1,5 kV beim gleichen Material aus Spaltglimmer) bei einer Dicke von 0,10 mm.

Mikaband aus verarbeitetem Glimmer kann in Rollen (wie das Mikaband aus Spaltglimmer) mit einer Breite von 10 bis 25 mm und mehr bei einer Dicke von 0,10 bis 0,30 mm hergestellt werden. Das Mikaband wird in beiden Ausführungen gefertigt, d.h. als helles und als Asphaltband.

Die Nutenisolation wird aus Platten aus verarbeitetem Glimmer und Glasgewebe oder Asbestpapier, manchmal auch Zellulosepapier, Elektrokarton, Lackseide u.dgl., zusammengeklebt. Die Isolation hat im kalten Zustand eine große Elastizität und läßt sich gut der Nutenform anpassen. Entsprechend den zu verwendenden Klebstoffen und Unterlagen kann die Isolation in den Klassen A, B, F und H hergestellt werden. Die Nutenisolation wird in Platten mit den Abmessungen 1000 x 500 mm oder 1000 x 1000 mm oder in Rollen mit einer Breite von 500 mm oder 1000 mm und einer Dicke von 0,15 bis 0,50 mm hergestellt.

Mikanit-Manschetten aus verarbeitetem Glimmer für Kollektoren können entweder in der gleichen Weise wie die Manschetten aus Spaltglimmer oder unmittelbar aus Glimmerbrei gefertigt werden. Diese Manschetten zeichnen sich durch gleichmäßigere Glimmer- und Lackverteilung aus und werden beim Pressen unter großem Druck nicht eingedrückt. Die Dicke ist ebenfalls gleichmäßiger und die Durchschlagsspannung höher. Bei der Fertigung der Manschetten und bei der Montage des Kollektors müssen jedoch die technologischen Vorschriften streng eingehalten werden. Die Mikanitmanschetten aus verarbeitetem Glimmer werden bei Temperaturerhöhungen weniger deformiert und bei der Demontage des Kollektors nicht so leicht beschädigt. Dank ihrer großen Druckfestigkeit kann die Fertigung der Kollektoren unter höherem Druck erfolgen.

Rohre und Pastile aus verarbeitetem Glimmer werden in den meisten Fällen aus Platten hergestellt. Man kann sie jedoch auch direkt aus Glimmerbrei fertigen. Rohre aus verarbeitetem Glimmer zeigen geringere Toleranzen in der Wanddicke, größere Homogenität und höhere Durchschlagsspannungen als die Rohre aus Spaltglimmer. Zur Verbesserung der mechanischen Eigenschaften können die Rohre kombiniert mit Glasgeweben hergestellt

- 17 -

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBI. 140 v. 2. 10. 1952, S. 962)

POOR ORIGINAL

- 17 -

werden. Profiltteile, insbesondere, wenn es sich um kleine Serien handelt, werden manchmal durch Bearbeitung dicker Platten (Tafeln) aus Mikanit gefertigt, und zwar durch Ausschneiden, Bearbeitung auf Hobel- und Fräsmaschinen und dergleichen. Die Wärmebeständigkeit dieser Isoliermaterialien ist von der Art des verwendeten Klebemittels (natürliche oder synthetische Harze, Silikon- oder anorganische Verbindungen) abhängig. Die zulässigen Betriebstemperaturen dieser Materialien können etwa 500, manchmal sogar auch 700°C betragen.

Hilfsmaterialien

Obwohl die neue Technologie die Herstellung von Platten-, Rollen- und Faßmaterial aus verarbeitetem Glimmer ohne Verwendung von Klebemitteln zuläßt, ist es dennoch nicht möglich, in der Produktion der neuen Isoliermaterialien ohne Klebstoffe und Unterlagen auszukommen, da das reine Material ohne Zusätze nur für Sonderfälle geeignet ist. Wenn Wärmebeständigkeit und gute mechanische Eigenschaften gefordert werden, dann muß das Material mit Klebstoffen und Unterlagen verwendet werden. Die Klebstoffe üben einen starken Einfluß auf die Bearbeitbarkeit und die verschiedenen Eigenschaften der Isoliermaterialien und damit auch auf die Eigenschaften der fertigen Isolation für die elektrischen Maschinen aus. Daher muß den zu verwendenden Klebmaterialien besondere Beachtung geschenkt werden, da diese die Wärmebeständigkeit und die Verwendungsmöglichkeit der neuen Isoliermaterialien überhaupt wesentlich einschränken können.

In der Fertigung der Isolierstoffe aus verarbeitetem Glimmer werden als Klebstoffe natürliche oder synthetische Harze oder Asphalte, meistens in Form von Pulvern, Lacken oder Emulsionen, verwendet. Für Isolierstoffe, von denen eine große Wärmebeständigkeit gefordert wird, werden Silikonlacke sowie mineralische Klebstoffe, z.B. leichtschmelzbares Glas und dgl., verwendet. Von den Naturharzen kann in einigen Fällen Shellack verwendet werden. In den meisten Fällen werden jedoch Klebstoffe aus synthetischen Harzen, z.B. Glyphtal-, Phenol-, Polyvinylbutiral-, Polyester-, Polystyrol- und insbesondere Epoxyd- und Silikonlacke verwendet. Für die Herstellung von Mikafolie und Mikaband werden auch Asphaltlacke benutzt.

- 18 -

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBI. 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

- 18 -

Die Klebstoffe sollen gut am Glimmer haften und die entsprechende Wärmebeständigkeit, gute elektrische Eigenschaften, ausreichende Feuchtigkeitsbeständigkeit sowie Elastizität bei den verschiedenen Temperaturen aufweisen. Im übrigen sind die an die Klebemittel zu stellenden Forderungen von der Art des herzustellenden Isoliermaterials abhängig.

Unterlagen finden bei der Fertigung von Mikaband, Mikafolium, flexiblem Mikanit, Nutenisolation und den verschiedenen Spezialisolierrmaterialien Verwendung. Für diesen Zweck werden die verschiedenen Papiersorten wie Kabel-, Kondensator- und Spezialpapiere, Glas- und Seidengewebe und manchmal auch dünne Platten aus Kunststoff verwendet. Gefordert werden gute mechanische Eigenschaften, geringe Dicke, hohe Wärmebeständigkeit, minimale hygroskopische Eigenschaften und hohe dielektrische Kernwerte.

Z u s a m m e n f a s s u n g

Die Hauptgründe für die intensiven Forschungsarbeiten auf dem Gebiete der Glimmerisolation ergaben sich nicht nur aus den gesteigerten Forderungen, die an die elektrischen Maschinen gestellt wurden, sondern auch aus der relativ geringen Ausnutzung des gewonnenen Glimmers und seinem hohen Preis sowie nicht zuletzt aus dem Glimmermangel während des zweiten Weltkrieges. Während dieser Zeit wurden, insbesondere in Deutschland, Versuche zur Herstellung von synthetischem Glimmer durchgeführt. Es wurde ein Phtoro-Phlogopit-Glimmer entwickelt, der hauptsächlich für Hochfrequenzkondensatoren und für Konstruktionsbauteile von Rundfunkröhren bestimmt war. Die Produktion dieses Glimmers wurde jedoch nicht aufgenommen. Aus Informationen, die in der Literatur veröffentlicht wurden, geht hervor, daß zur Zeit die Versuche auf dem Gebiet der synthetischen Glimmerherstellung in der Sowjetunion und besonders in den USA, wo man aus strategischen Gründen bestrebt ist, die Unabhängigkeit von den Glimmervorkommen in Indien zu erreichen, fortgesetzt werden. Dieser Umstand ist wahrscheinlich die Ursache für die spärlichen Informationen über die Forschungsarbeiten in den USA.

Außerdem hat man versucht, Glimmer in einigen Fällen durch Kunststoffe, in erster Linie durch Glasgewebe, zu ersetzen. Die Verwendung von Glasisolation stellt jedoch ein kompliziertes Problem dar. Bis jetzt ist die Glasisolation für hohe Spannungen noch nicht geeignet, so daß sämtliche Anstrengungen

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBI. 140 v. 2. 10. 1952, § 982)

POOR ORIGINAL

- 19 -

auf die gesteigerte Ausnutzung des natürlichen Glimmers gerichtet sind.

Das neue Verfahren der Verarbeitung von Glimmer kleinster Abmessungen und minderwertigster Qualität hat die breitere Ausnutzung des Glimmers ermöglicht. Es werden die Glimmerabfälle verwertet, und es werden die Vorkommen, die bisher wegen der schlechten Glimmerqualität bedeutungslos waren, ausgenutzt.

Das neue Glimmermaterial beeinflusst nicht nur die Isolierstoffproduktion, sondern auch die technologischen Prozesse der Isolierung von elektrischen Maschinen, Apparaten und Ausrüstungen.

Die gesteigerten Forderungen an die Betriebsbedingungen der elektrischen Maschinen und Ausrüstungen, die Temperaturbeständigkeit, die Festigkeit in Bezug auf tropische Klimaverhältnisse und Atmosphäre mit erhöhtem Staubgehalt zwingen die Konstrukteure zur Schaffung besserer und vollkommenerer Isoliermaterialien, da die normalerweise eingesetzten Isolierstoffe in vielen Fällen nicht befriedigen. Bei der Konstruktion von großen Hochspannungsmaschinen, bei denen die Forderungen in Bezug auf hohe Betriebstemperaturen, höhere Spannung und Leistung ständig wachsen, treten gewöhnlich Schäden infolge von temperaturbedingten Ausdehnungen auf. In der Kollektorfertigung steigern sich die Forderungen hinsichtlich der Gleichmäßigkeit der Dicke, der Wärmebeständigkeit, des geringeren Lackgehaltes und der geringeren Druckbeanspruchung.

Daher wird der homogenen kontinuierlichen Isolation vor der kombinierten Isolation der Vorzug gegeben und die technologischen Prozesse der Isolierung und Tränkung ständig verbessert.

Der verarbeitete Glimmer eröffnet der elektrotechnischen Industrie große Perspektiven und den wissenschaftlichen Forschungsinstituten ein weites Betätigungsfeld. Bis jetzt liegen jedoch relativ wenig Versuchsdaten sowohl über die Produktion neuer Materialien als auch über die Technologie der Isolierung und die Inbetriebnahme der mit den neuen Isoliermaterialien ausgestatteten Ausrüstungen, insbesondere bei Dauerbetrieb, vor. Daher konzentrieren sich die Forschungsarbeiten in der ganzen Welt in erster Linie auf eine weitgehende Prüfung der neuen Isoliermaterialien, die für schwere Betriebsbedingungen anstelle der Isolation aus Spaltglimmer Verwendung finden. Prüfungen mit diesen neuen Isoliermaterialien werden ebenfalls auf dem Gebiet der Hochspannungsgeneratoren durchgeführt, wo jedoch sehr wenig Versuchs-

- 20 -

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBI. 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

- 20 -

daten vorliegen.

Gute Ergebnisse wurden mit den neuen Materialien besonders bei der Prüfung der Isolation von Transformatoren und Kondensatoren erzielt, und man kann annehmen, daß die Glimmer-Isoliermaterialien in vielen Fällen die bisher verwendeten Zellulosematerialien verdrängen werden.

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBI. 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

Übersetzt:

MINDACH

4.2.1957.

POOR ORIGINAL

50X1-HUM

Polyäthylen in der Kabeltechnik,von Georg P o h l e r, Kabelwerk Oberspree, Berlin.

Die Kabeltechnik steht in ihrem Mengenverbrauch unter den Kunststoffverbrauchern nicht an erster Stelle, aber der Bedarf ist vielseitig. Eine zurückhaltende Einstellung den Kunststoffen gegenüber kann sich die Kabeltechnik nicht leisten. Die Kabeltechnik ist "angewandte Werkstofftechnik" und somit wird ihre Weiterentwicklung entscheidend von der Weiterentwicklung der Werkstoffe - unter ihnen die Kunststoffe - beeinflusst.

Während aus der Gruppe der Kunststoffe das Polyvinylchlorid (PVC), Polystyrol, Polyamid und das Polyisobutylen bereits im Kabelerzeugnisrahmen der DDR entsprechend ihren Eigenschaften eingeordnet sind, ist dies u.a. beim Polyäthylen noch nicht vollkommen der Fall. Die Ursache hierfür ist, daß die Entwicklung des Polyäthylens bisher nicht zum Abschluß kam. Die erreichten Entwicklungsergebnisse am Material sowie bei der Gestaltung der Kabel empfehlen jedoch, daß man sich mit dem Kunststoff "Polyäthylen" näher befaßt; er gestattet der Kabeltechnik neue Gestaltungs- und Einsatzmöglichkeiten.

Polyäthylen wird seit 1938 technisch hergestellt. Der ersten grostechnischen Fertigung lag ein Verfahren der Imperial-Chemical Industry (ICI) zugrunde¹⁾, bei dem Äthylen bei einem Druck von 2000 atü und einer Temperatur von über 150°C in Anwesenheit geringer Mengen Sauerstoff polymerisiert wird. Man erreicht bei diesem apparativ sehr schwierig zu handhabendem Verfahren einen Umsatz von ca. 20 % des eingesetzten Ausgangsstoffes. Das Polyäthylen, welches nach dieser Methode hergestellt wird, hat ein

50X1-HUM

1) Raine C: Polyäthylen, Kunststoffe 43 (1953) S. 503/08.

POOR ORIGINAL

-2-

Molekulargewicht bis zu 25000 bis etwa 32000. Eine Erhöhung des Molekulargewichtes ist bei diesem Verfahren nur schwer möglich.

In neuerer Zeit wurden von Ziegler und Phillips Polymerisations-Verfahren ausgearbeitet, die es gestatten, Polyäthylen bei niedrigem Druck oder sogar drucklos zu polymerisieren ²⁾ ³⁾.

Das Verfahren von Ziegler arbeitet mit Triäthylaluminium und Titan-tetrachlorid als Katalysatoren. Die Polymerisation vollzieht sich bei Raumtemperatur drucklos. Aufgrund des exothermen Charakters der Polymerisation tritt eine rasche Temperatursteigerung ein. Durch Variation der Katalysator-Komponenten kann das Molekulargewicht variabel zwischen 10 000 und 3 000 000 eingestellt werden. Das spez. Gew. des erzeugten Materials liegt bei 0,93 - 0,95.

Nach der Phillipsmethode wird als Katalysator auf Aluminiumsilikat niedergeschlagenes Chromoxyd eingesetzt und die Polymerisation bei einem Druck von 40 bis 100 atü und einer Temperatur von 125°C ausgeführt. Das spez. Gew. des erzeugten Materials liegt bei 0,96.

Beim Ziegler- sowie beim Phillipsverfahren sind Umsatz und Ausbeute beinahe 100 %.

Beim Hochdruck-Polyäthylen liegt eine weitgehend verzweigte Molekülstruktur vor. Das Niederdruck-Polyäthylen ist nahezu linear aufgebaut. Infolgedessen sind seine Dichte und der kristalline Anteil gröber als bei dem Hochdruck-Polyäthylen, was sich in den Eigenschaften bemerkbar macht.

Eine Zusammenstellung der wesentlichsten physikalischen Eigenschaften der Polyäthylene - nach dem Hochdruck- und Niederdruckverfahren gefertigt - gibt nachstehende Tabelle wieder.

²⁾ Ziegler, K., u. Mitarb.: Das Wilhelmer Normaldruck-Polyäthylenverfahren. Angew. Chem. 67 (1955) S. 541/47.

³⁾ Phillips Petrol. Co: Austral. Pat. 864 (1954).

POOR ORIGINAL

-3-

Polyäthylene.

Eigenschaften	Hochdruckverfahren		Niederdruckverfahren (Ziegler)		
1 Handelsname	Imipolen H (I.G. Farbenindustrie)	Alkathene HD (Imperial Chemical Industrie Ltd)	Hosta- len (Mülheimer Normaldruck- Polyäthylene) Höchst)	Hosta- len	Hosta- len
2 Struktur	-verzweigte Ketten-		gerade Ketten mit nur geringfügigen Verzwei- gungen.		
3 Molekularge- wicht	24 000	-	100000	500000	1000000
4 Dichte 20° g/cm ³	0,92	0,94	0,94	0,94	0,94
5 Erweichungs- punkt nach Ubbelohde °C	108-115	-	130	140	150
6 Linearer Aus- dehnungskoeff. °C ⁻¹	-	-	1.10 ⁻⁴	1.10 ⁻⁴	1.10 ⁻⁴
7 Wärmeleitzahl Kcal/mh °C	-	-	0,36	0,36	0,36
8 Kältefestigkeit °C (Versprödungs- temperatur)	-60	-70	-100	<-140	<-140
9 Wärme festigkeit nach Vicat °C	80-85	115	-	-	-
10 Zugfestigkeit kg/cm ²	100-140	190	330	410	470
11 Bruchdehnung %	400-600	300	1100	800	450
12 Shorehärte	41 - 48	-	70	72	74
13 spez. Isolations- widerstand Ω. cm	> 10 ¹⁵	> 10 ¹⁵	10 ¹⁸	10 ¹⁸	10 ¹⁸
14 Durchschlags- festigkeit kV/mm	60	-	50	50	50
15 Dielektrizitäts- konstante bei 10 ² bis 10 ⁴ Hz	2,2	-	2,3	2,3	2,3

-4-

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBI. 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-4-

Fortsetzung der Tabelle Seite 3

Eigenschaften	Hochdruckverfahren	Niederdruckverfahren (Ziegler)
16 Verlustfaktor ϵ_g bei		
10^2 Hz	-	10^{-4} 10^{-4} 10^{-4}
10^3 Hz	-	10^{-4} 10^{-4} 10^{-4}
10^4 Hz	2 bis $6 \cdot 10^{-4}$	10^{-3} 10^{-3} 10^{-3}
10^5 Hz	-	10^{-3} 10^{-3} 10^{-3}
10^6 Hz	-	10^{-3} 10^{-3} 10^{-3}
10^7 Hz	-	10^{-3} 10^{-3} 10^{-3}

Die Daten sind zum Teil der Literatur ⁴⁾ (vor allem der Literatur der Herstellerwerke) entnommen, zum Teil wurden sie im Werkstoff-Laboratorium des Kabelwerkes Oberspree, Berlin, ermittelt. Beim Niederdruck-Polyäthylen konnten nur die Eigenschaften von den Erzeugnissen nach der Zieglermethode genannt werden, da Untersuchungsergebnisse von Erzeugnissen nach der Phillippsmethode nicht vorliegen.

Betrachtet man den Eigenschaftsrahmen, so ergibt sich, daß das Hochdruck-Polyäthylen sich vor allem durch einen geringen dielektrischen Verlustfaktor, der verhältnismäßig wenig Frequenzabhängig ist, auszeichnet. Die Kältefestigkeit zeigt einen dem Polyisobutylen ähnlichen Wert. Die Wärme- und Erweichungspunkt kennzeichnen das Material als "Thermoplast". Die Festigkeitswerte sind geringer als beim bekannten Polyvinylchlorid, während der spez. Isolationswiderstand, die Durchschlagsfestigkeit und die Dielektrizitätskonstanten die von gesättigten Kohlenwasserstoffen bekannten Größen zeigen.

⁴⁾ Hopff, H.: Polyäthylene - Ein hochwertiger Kunststoff von vielseitiger Verwendbarkeit - Ztschr. Chemische Industrie 3, Nr. 10, Okt. 1951

POOR ORIGINAL

-5-

Das Niederdruck-Polyäthylen zeichnet sich gegenüber dem Hochdruckpolyäthylen besonders durch einen erhöhten Erweichungspunkt, sehr hohe Kältefestigkeit und sehr gute mechanische Festigkeitsdaten aus. Dagegen ist der dielektrische Verlustfaktor sehr stark frequenzabhängig. Die übrigen dielektrischen Eigenschaften sind praktisch dem Hochdruck-Polyäthylen gleichwertig.

Bei beiden Gruppen ist die geringe Wichte besonders beachtenswert.

Aus dieser Betrachtung der Eigenschaften ergibt sich die Erstgruppierung der Polyäthylene für die Kabeltechnik. Während bei dem derzeitigen Stand der Entwicklung dem Hochdruck-Polyäthylen in erster Linie in der Hochfrequenzkabeltechnik der Platz zuzuweisen ist, dürfte das Niederdruck-Polyäthylen im normalen Frequenzbereich und bei höheren Spannungen am Platze sein, d.h., bei Telegraf- und Starkstromkabeln.

Bevor die Einsatzmöglichkeiten der Polyäthylene weiter besprochen werden, ist es notwendig, auch die chemischen und chemisch-physikalischen Eigenschaften zu erörtern. Unerwähnt bleiben darf auch nicht das Verhalten der Polyäthylene gegen Feuchtigkeit.

Die allgemeinen chemischen Eigenschaften von Polyäthylen sind jene eines gesättigten Kohlenwasserstoffes. Sie sind charakterisiert durch Trägheit zu den meisten Reagenzen. Z.B. ist es im wesentlichen unbeeinflussbar durch starke Säuren. Salpetersäure und Schwefelsäure jedoch verfärben und schwächen es. Es ist unlöslich in den meisten organischen Lösungsmitteln. Es quillt in Kohlenwasserstoffen und in Chlorkohlenwasserstoffen. Lösbar ist es nur in diesen bei erhöhten Temperaturen. Zu beachten ist, daß Polyäthylen unter Zug- bzw. Biegungsspannung stehend unter Einfluß vieler, vor allem oberflächenaktiver Chemikalien,

-6-

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBL 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-6-

wie Laugen und Seifenlösungen, aber auch schon Wasser, Neigung zur Rißbildung zeigt. Auch organische Lösungsmittel können Spannungsrisse verursachen. Untersuchungen zeigen, daß die Spannungsrißempfindlichkeit mit wachsendem Molekulargewicht abnimmt. Bereits bei einem Molekulargewicht ab 30 000 ist die Spannungsrißempfindlichkeit soweit gefallen, daß bei Verwendung des Polyäthylens in der Kabeltechnik wesentliche Anwendungsstörungen nicht auftreten dürften.

Polyäthylen zeigt Beständigkeit gegen Sauerstoff. Bei höheren Temperaturen tritt jedoch thermische Oxydation ein, die bereits bei 90°C von einer meßbaren O₂-Aufnahme begleitet wird.⁵⁾ Der Reaktionsmechanismus der thermischen Oxydation entspricht dem der Oxydation ungesättigter Paraffinöle und hat autokatalytischen Charakter. Die Einführung von chemischen Oxydierungsverhinderungsmitteln erhöht die Beständigkeit des Polyäthylens gegenüber der thermischen Oxydation in genügendem Maße. Als besonders wirksam erwies sich die Zugabe von bestimmten Rußarten (carbon black).

Ein ernstes Problem ist die geringe Lichtbeständigkeit von reinem Polyäthylen. Wird Polyäthylen dem Sonnenlicht ausgesetzt, so treten strukturelle Veränderungen mit entsprechender Auswirkung auf die elektrischen und mechanischen Eigenschaften ein. Rissige Oberfläche und Tiefrißbildung sind die ersten Folgeerscheinungen. Die Ursache der geringen Lichtbeständigkeit des Polyäthylens ist noch ungeklärt. Eine Zugabe gewöhnlicher UV-absorbierender Stoffe wie z.B. Phenylsalizylat oder Dihydroxybenzophenon bleibt ohne wesentliche Wirkung. Besser sind die Ergebnisse bei Zugabe von Pigmenten wie Bleichromat, Eisenoxyd usw. Wallder und Mitarbeiter zeigten⁵⁾, daß vor

⁵⁾ Biggs, B.S., und Hawkins, W.L., Ind. Plast. Mod. (Paris) 6 (1954)

POOR ORIGINAL

-7-

allen die Zugabe von 2 % feinverteiltem Ruß die Lichtbeständigkeit des Polyäthylens um das 30-fache verbessert. Die Anwendung der Pigmente bewirkt jedoch eine Verschlechterung der dielektrischen Eigenschaften und eine Verfärbung des Polyäthylens, was bei der Verwendung in der Kabeltechnik beachtet werden muß. Polyäthylen ist gegen Feuchtigkeit wenig empfindlich. Seine Wasseraufnahme beträgt - gemessen nach DIN 53472 - $0,013 \text{ mg/m}^2$ Woche. Die Wasserdampfdurchlässigkeit wird von der I.C.I. mit $2 \text{ bis } 9 \cdot 10^{-10}$ angegeben. Diese Eigenschaften kennzeichnen das Material als brauchbar für Kabelmäntel und als Isoliermaterial im direkten Kontakt mit Feuchtigkeit.

Wie bereits erwähnt, ergibt sich aus der Größe des dielektrischen Verlustfaktors die Haupt-Einsatzgruppierung des Polyäthylens in der Kabeltechnik. - Die chemischen Eigenschaften bedingen infolge der Spannungsrißempfindlichkeit, daß das Molekulargewicht des zur Anwendung kommenden Materials mindestens 30 000 beträgt. Dies ist bei Niederdruck-Polyäthylen bereits der Fall und beim Hochdruck-Polyäthylen erreichbar. Die Oxydation bei erhöhter Temperatur gestattet nicht den Einsatz der mit reinem Polyäthylen hergestellten Kabelerzeugnisse bei Temperaturen über 70°C . Die Lichtbeständigkeit schreibt vor, daß Polyäthylenerzeugnisse stets vor direkter Sonnenbestrahlung zu schützen sind. Kabelmäntel sind aus Polyäthylen mit Rußzusatz herzustellen. Die gute Beständigkeit gegen Feuchtigkeit ermöglicht die Verwendung von Kabelerzeugnissen mit Polyäthylen in direktem Kontakt mit Feuchtigkeit.

-8-

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBI. 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-8-

Überträgt man diese Bedingungen in die Praxis, so gibt sich folgendes Einsatzbild:

- 1) Mit Niederdruck-Polyäthylen können Unterwasser-Wickeldrähte gefertigt werden, die allen Forderungen der Technik genügen, was bisher mit keinem anderen Stoff möglich ist. Wasserbeständigkeit und Isolationswiderstand sind die hierfür ausschlaggebenden Eigenschaften.
- 2) Niederdruck-Polyäthylen ist geeignet für die Herstellung von Starkstromkabeln ohne Tränkmasse bis 30 kV, wobei der Mantel rußhaltig und gegen Lichteinfluß durch normale Bewehrung geschützt sein muß. Die dielektrischen Eigenschaften und die geringe Empfindlichkeit gegen Feuchtigkeit geben dem Kabelkonstrukteur hier die Einsatzmöglichkeiten.
- 3) Telegraphenkabel sind herstellbar aus Niederdruck-Polyäthylen. Es gelten die gleichen Einzelheiten wie bei Starkstromkabeln.
- 4) Seekabel und Tiefseekabel für Starkstrom- bzw. Telegraphenzwecke sind aus Niederdruckpolyäthylen herstellbar. Bei Verwendung von Hochdruckpolyäthylen für die Aderisolierung ist die Herstellung von See- und Tiefseekabeln für Fernsprechezwecke gegeben. Die dielektrischen Eigenschaften, die geringe Feuchtigkeitsempfindlichkeit und die kleine Wasserdampf-Durchlässigkeit geben hierzu die Möglichkeit.
- 5) Hochdruck-Polyäthylen ist geeignet für UKW-Leitungen, Trägerfrequenzkabel und Koaxialkabel. Für diesen Einsatz sprechen besonders die dielektrischen Eigenschaften.

Den Kabelkonstrukteur wird bei Betrachtung der Anwendungsmöglichkeiten besonders interessieren, daß die guten dielektrischen Ei-

-9-

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBI. 140 v. 2. 10. 1952, S. 932)

POOR ORIGINAL

-9-

genschaften und das geringe spez. Gewicht beider Polyäthylen-Gruppen eine Verkleinerung der Leitungs- und Kabeldurchmesser ermöglichen. Dies bedeutet eine Verminderung des Gewichts der Erzeugnisse mit entsprechenden Rohstoffeinsparungen. Bei See- und Tiefseekabeln entfällt neben dem Bleimantel, der durch einen Polyäthylenmantel ersetzt wird, die schwere Stahldrahtbewehrung. Für den Leiter verwendet man in diesem Fall Cadmiumbronze. Der Leiter übernimmt neben seinen elektrischen Aufgaben hier zusätzlich die mechanischen Aufgaben, die bisher von der Stahldrahtbewehrung zu leisten waren. - Der kleine dielektrische Verlustfaktor des Polyäthylens bringt für den Energetiker die erfreuliche Tatsache mit sich, daß Starkstromkabel mit Polyäthylen-Isolierung hergestellt, wesentlich energiesparender sind als die bisher gebräuchlichen Starkstromkabel.

Diese Tatsachen zeigen, daß es sich lohnt, sich mit dem Kunststoff "Polyäthylen" zu befassen. Bedenkt man, daß die Entwicklungen hier noch nicht abgeschlossen sind, Kombinationsmöglichkeiten mit anderen Kunststoffen z.B. Polyisobutylene bestehen, und daß durch Einwirkung energiereicher Strahlen, wie sie z.B. bei Kernumwandlungen frei werden, Vernetzungen erzeugt werden, welche Polyäthylene mit einer Wärmebeständigkeit von 200 °C schaffen ⁶⁾ und eine weitere Vernetzungsmöglichkeit im chlor-sulfonierten Polyäthylen gegeben ist, so weiß man, daß im Polyäthylen ein Werkstoff für die Kabeltechnik vorliegt, der viele neue Gestaltungs- und Einsatzmöglichkeiten bietet und noch bieten wird.

⁶⁾ Chem. Engng. Bd. 63 (August 1956) S. 122/24

POOR ORIGINAL50X1-HUM
8

7< 12

P o l y ä t h y l e n e im Kondensatorenbau.

Betrachtungen über die Möglichkeit, bzw. die
Notwendigkeit des Einsatzes

von Dr.-Ing. Hans S c h u l z.

Für die Herstellung elektrischer Kondensatoren kann
P o l y ä t h y l e n einmal als aktiver Baustoff, d.h.
als Dielektrikum in Form von Folien Verwendung finden (1),
zum anderen als passiver Gehäusebaustoff (2). Im allgemei-
nen liegt die Anwendung des Polyäthylens innerhalb der
Kondensatorenindustrie noch in den allerersten Anfängen.
Bislang wurde als Material für beide Verwendungsarten
produktionsmäßig lediglich Polystyrol eingesetzt.

1. P o l y ä t h y l e n als Foliendielektrikum.

Die Betrachtung der wichtigsten chemisch-physikali-
schen und mechanisch-elektrischen Kenndaten von Poly-
äthylene-Folien verschiedener Herstellerfirmen und Ver-
fahren läßt erkennen, daß dieses Material hervorragende
elektrische Eigenschaften besitzt und sich auch
für den Einsatz in der Kondensatorenindustrie eignet.
Entscheidend hierfür ist vor allem das ausgezeichnete
dielektrische, d.h. weitgehendst verlustarme Verhalten
des Polyäthylens, das in weitem Temperatur- und Fre-
quenzbereich nahezu unabhängig ist. Die Polyäthylene-
Folie erlangt somit auch im Kondensatorenbau den
Charakter eines ausgesprochenen Hochfrequenz-Dielek-
trikums.

Im Vergleich zu den bisher für diese Zwecke gebräuch-
lichen Polystyrol-Reckfolien, dem Styroflex, zeigt
der Einsatz des Polyäthylens als Foliendielektrikum
bei Kondensatoren neben vorwiegend gleichen oder
ähnlichen Eigenschaften einige abweichende Besonder-
heiten. Die Bedeutung dieser ist je nach der Verwen-
dung für die Kondensatorenart unterschiedlich und
gestattet bei richtiger Ausnutzung den Bau verbesser-
ter Spezial-Kondensatoren.

50X1-HUM

POOR ORIGINAL

- 2 -

Im Nachstehenden werden diese wesentlichen Merkmale festgestellt; sie können sich als Vorteile, z.T. aber auch als gewisse Nachteile auswirken.

1.1 Vorteile.

1.1.1 Erweiterter Temperaturbereich

Die Polyäthylen-Folie, insbesondere die nach dem Hochdruck-Verfahren hergestellte, weist gegenüber unserer jetzigen Styroflex-Folie aus dem "BUNA"-Blockpolymerisat der Qualität Polystyrol III eine erhöhte Wärmeformbeständigkeit aus. Dies ergibt, auf die max. Betriebstempertyrhöhe des Kondensators bezogen, etwa $+15^{\circ}\text{C}$.

Auch das Verhalten bei tiefen Temperaturen erweitert sich für Polyäthylen in Richtung größerer Kältebeständigkeit.

1.1.2 Chemikalienbeständigkeit.

Die allgemeine chemische Beständigkeit, aggressiven Stoffen gegenüber, ist bei Polyäthylen größer als bei Polystyrol, wobei vor allem die geringere Löslichkeit in den üblichen organischen Lösungsmitteln hervorzuheben ist.

1.1.3 Mineralölverträglichkeit.

Von besonderer Bedeutung für Kondensatoren, die infolge hoher elektrischer Beanspruchung mit Ölfüllung arbeiten, erweist sich die erhöhte Widerstandsfähigkeit, bzw. praktische Indifferenz des Polyäthylens gegenüber der Einwirkung von Mineralölen.

1.2 Nachteile.

Auch einige Nachteile besitzt die Polyäthylen-Folie dem Styroflex gegenüber. Hierzu gehört u.ä.

1.2.1 Herstellungsmäßig:

Die Verarbeitung von Polyäthylen auf Folien erfordert infolge der erhöhten Schmelztemperatur im Vergleich zu Polystyrol auch eine dementsprechend erhöhte Verarbeitungstemperatur, unabhängig von der Methode der Folien-Herstellung.

- 3 -

POOR ORIGINAL

- 3 -

Inwieweit sich Polyäthylen-Folien in den bei uns z.Zt. nur vorhandenen Strangpressen mit Spritzschlitzdorn (nach dem Prinzip der Nord-deutschen Seekabelwerke) herstellen lassen, ist noch nicht erwiesen.

1.2.2 Wickeltechnologisch:

Infolge der geringeren Zerreißfestigkeit und wesentlich höheren Bruchdehnung ist bei der Wickelanfertigung aus Polyäthylen-Folien größere Vorsicht als bei Styroflex erforderlich.

Auch das Abziehen der Wickel vom Dorn erfordert mehr Sorgfalt infolge Rücksichtnahme auf die größere Oberflächen-Weichheit der Polyäthylen-Folie, die leicht Anlaß zu inneren Kurzschlüssen gibt.

1.2.3 Tempermäßig:

Die erhöhte Schmelztemperatur des Polyäthylens zieht auch logischerweise eine erhöhte Temperatur für die Entreckungs-Temperung nach sich.

In Anbetracht eines größeren Reckungsgrades tritt auch eine dementsprechend größere Entreckung ein. Hierbei konnten erhebliche Unterschiede sowohl in der Längs-, als auch in der Querreckung festgestellt werden, allerdings an einer noch ungenügenden Anzahl von Versuchen.

Lassen sich derartige Schwankungen nicht beseitigen, so würde keine Garantie gegeben sein für einen einwandfreien Tempervorgang und somit mechanisch dichten Abschluß von Rundwickeln aus Polyäthylen-Folie.

Als spezifische Eigenart der Polyäthylen-Folien, die sich für den einen Anwendungsfall als Nachteil, für den anderen als Vorteil auswirken kann, ist noch der besonders hohe negative Temperaturkoeffizient der Kapazität zu nennen.

Verglichen mit dem Temperaturkoeffizienten der Styroflex-Folien liegt dieser bei Polyäthylen-Folien - gemäß den ersten Versuchsfeststellungen - um etwa eine Zehnerpotenz höher, als bei Polystyrol-Reckfolien.

- 4 -

POOR ORIGINAL

- 4 -

Bei dem Einsatz von Polyäthylen-Folien für ölgefüllte Mittel-Frequenz-(Leistungs)-Kondensatoren ist dieser Umstand besonders vorteilhaft, während für Kondensatoren der Nachrichtentechnik dieser Temperaturkoeffizient bereits zu hoch ist.

2. Als Gehäuse- oder Umhüllungswerkstoff für Kondensatoren

kann P o l y ä t h y l e n in der Kondensatorenfertigung nach dem Spritzgußverfahren Anwendung finden. Infrage kämen hierfür vor allem Klein- und Kleinst-Kondensatoren-Typen, bei denen es sich vorwiegend um Raum- und Gewichtseinsparung, bzw. um einen besonderen Wickelabschluß im Hinblick auf Temperatur- und Feuchtigkeits- oder Korrosionseinwirkungen handelt, so z.B. der Papier-, Metallpapier- und Styroflex-Kondensatoren sowie gegebenenfalls auch die Herstellung von entsprechenden Tieftemperatur-Elektrolyt-Kondensatorengehäusen, bzw. Gehäuseteilen, wie Sockel, Deckel und dergleichen.

Welche von den Polyäthylen-Sorten des Hochdruck- oder auch des Niederdruck-Verfahrens sich hierzu am besten eignet, muß durch Versuchsreihen von Fall zu Fall ermittelt werden. Den Kennzahlen entsprechend, dürfte hierfür auch das Vestolen, als Niederdruck-Polyäthylen, in Frage kommen.

Der Verformungsvorgang beim Spritzverfahren ist auf jeden Fall stark abhängig von der Höhe des jeweiligen Durchschnitts-Molekulargewichtes. Bei dem Hochdruck-Polyäthylen, z.B. dem Lupolen H der BASF, beträgt dieses 50 ... 55 Tausend, bei dem Niederdruck-Polyäthylen nach Ziegler z.B. dem Vestolen der Chemischen Werke Hüls, etwa 70 ... 200 Tausend.

Dementsprechend liegt auch der Schmelzbereich für das Lupolen H zwischen 110 ... 115°C bei einem Verhältnis der kristallinen Anteile zu den amorphen von 60 : 40 und für das Vestolen zwischen 125 ... 135°C bei einem Gehalt von 85 % kristallinen Anteilen.

Als Vergleichsmaß und zur Berechnung des Molekulargewichtes bedient man sich eines Viskositätswertes, dessen Bestimmung leicht aus verdünnten Lösungen zu ermitteln ist.

Die jeweiligen technologischen Einzelbedingungen beim Spritzgußverfahren, wie Spritzdruck, Spritztemperatur, Abkühlungsart- und -Geschwindigkeit usw. richten sich

- 5 -

POOR ORIGINAL

- 5 -

nach dem Verformungswiderstand der Polyäthylen-Spritzmasse, für deren Charakterisierung oben erwähnte Kenn-
daten maßgebend sind.

Mit dem Ansteigen des Molekulargewichtes, das eine Er-
höhung der Wärmeformbeständigkeit mit sich bringt, stei-
gen allerdings auch die Verarbeitungsschwierigkeiten.

Da für die Verwendung als Gehäusewerkstoff für Kondensatoren ein ausschlaggebender Eigenschaftsfaktor die Größe der Wasserdampfdurchlässigkeit ist, erscheint es zweckmäßig, - neben besonderen konstruktiven Maßnahmen, wie z.B. Verwendung einer dünnen Metall-Mantelfolie um den Kondensator, - dem Polyäthylen zwecks Herabsetzung dieses Diffusions-Faktors Zusätze beizumischen, wie z.B. Oppanol, Wachs oder Bitumen.

Dadurch wird gleichzeitig sowohl das Verspritzen erleichtert, als auch die für Polyäthylen charakteristische, als "Spannungskorrosion" bezeichnete Erscheinung der Risse- und Brüche-Bildung bei mechanischer Beanspruchung herabgesetzt. Die übliche Verwendung von Rußzusätzen dürfte kaum infrage kommen.

Die beachtlich hohe Zerreißfestigkeit und die große Bruchdehnung als Eigenschaftskonstanten des Polyäthylens, die im Vergleich z.B. zu Polystyrol das 4 bis 5-fache, bzw. 100 bis 200-fache betragen, ist im Gegensatz zu der Folienherstellung für die Spritzgußverformung nicht ausschlaggebend.

Dagegen ist im Fertiggehäuse die Druckbelastarbeit bis zum Beginn des Materialfließens besonders wichtig.

So ergibt sich auch hier im Vergleich zu Polystyrol für die Verwendung von Polyäthylen als Gehäusematerial eine Reihe von Vor- und Nachteilen, die sorgfältig gegeneinander abgewogen werden müssen.

2.1 Vorteile.

Neben den bekannten und bereits unter 1.1 erwähnten Vorteilen wären an dieser Stelle zu nennen:

- 2.1.1 höhere Wärmebeständigkeit
- 2.1.2 geringere Wasserdampfdurchlässigkeit
- 2.1.3 höhere Zähigkeit - und somit
- 2.1.4 günstigeres Verhalten in der Kälte - kein Verspröden.

- 6 -

POOR ORIGINAL

- 6 -

Als weiterer Vorteil ist noch eine Eigenschaft zu erwähnen, die Bezug nimmt auf die neueste Methode zur Verbesserung der Wärmestandfestigkeit von Polymerisat-Kunststoffen, nämlich

- 2.1.5 das Bestrahlen mit Röntgen-, γ - oder Elektronen-Strahlen, bzw. mit radioaktiven Isotopen.

Dieses Verfahren kann auf Polyäthylen mit ganz besonderem Erfolg, bzw. mit schon wesentlich geringeren Dosen angewandt werden, als vergleichsweise z.B. auf Polystyrol eine Wirkung eintritt.

Bei Polyäthylen lassen sich auf diese Weise verhältnismäßig leicht Wärmeformbeständigkeiten bis 200°C und darüber erreichen, während bei Polystyrol dies nicht so leicht zu erzielen ist. Zweckmäßigerweise hat dieser Vorgang allerdings unter Schutzmaßnahmen gegen oxydative Veränderungen, z.B. in Stickstoffatmosphäre oder Vakuum zu erfolgen.

2.2 Nachteile.

Zu diesen gehören:

- 2.2.1 die im Vergleich zu allen übrigen Spritzguß-Kunststoffen größten Schrumpferscheinungen, beruhend auf dem sehr hohen linearen Wärmeausdehnungskoeffizienten (etwa das 2,5-fache des Polystyrols). Daraus ergibt sich praktisch die Notwendigkeit der Nachtemperung von Spritzgußerzeugnissen,
- 2.2.2 die bereits erwähnte sogenannte Spannungs-korrosion, d.h. die Neigung der Polyäthylen-Formstücke zu Riß- und Bruchbildung bei mechanischer Beanspruchung, eine für Polyäthylen typische Erscheinung, die sich ebenfalls durch Nacherwärmung oder entsprechend langsame Abkühlung nach dem Spritzvorgang verringern läßt,
- 2.2.3 eine gewisse Alterungsneigung der Polyäthylen-Erzeugnisse, beruhend auf oxydativem Einfluß von Luftsauerstoff und UV-Einwirkung des Lichtes, die allerdings durch Beimischung bestimmter Stabilisatoren auf ein erträgliches Maß gebracht werden kann.

- 7 -

POOR ORIGINAL

- 7 -

3. Zusammenfassung und Schlußfolgerungen.

Will man aus dem Dargelegten die Schlußfolgerungen ziehen, so kann man dies für den Einsatz des Polyäthylens in der Kondensatorenindustrie wiederum nur unterteilt, nach den jeweiligen Anwendungszwecken vornehmen.

Danach ergeben sich im einzelnen folgende Situationen:

3.1 Für den Einsatz von Folien als Dielektrikum für Kondensatoren der Nachrichtentechnik.

Maßgebend für diesen Anwendungszweck wäre die Ausnutzung einer den bisherigen Verhältnissen gegenüber erhöhten Wärmebeständigkeit. Setzt man voraus, daß die elektrischen Eigenschaften von Polyäthylen-Folien denen der Polystyrol-Folien als praktisch gleich anzusprechen sind, und setzt man weiterhin voraus, daß es möglich sein müßte, durch Import von Vestyron-Folien oder von solchen aus Polystyrol VI ebenso wie auch durch entsprechende Folien aus dem in Kürze bei der BUNA im großen herstellbaren neuen Polystyrol-Perlpolymerisat die Wärme-
festigkeit bei Kondensatoren aus solchen Folien in der gleichen Höhe wie bei Polyäthylen zu erreichen, so wäre der Einsatz von Polyäthylen-Folien für Kondensatoren der Nachrichtentechnik allein und nur aus diesen Gründen keine unbedingt vordringliche Aufgabe.

3.2 Für den Einsatz von Folien als Dielektrikum für Mittelfrequenz-Kondensatoren in der HF-Wärmetechnik.

Hier ist, - immer betrachtet unter der Voraussetzung praktisch gleicher elektrischer Eigenschaften für Polyäthylen- und Polystyrol-Folien, - entscheidend nicht die Wärmefestigkeit (wie bei den Nachrichten-Kondensatoren), sondern das Verhalten der Kunststoff-Folien Mineralölen gegenüber, die bei diesen Leistungs-Kondensatoren zur Füllung der Hohlräume als Zusatzdielektrikum unbedingt erforderlich sind.

Die Auswahl dieser Öle erfolgt im Hinblick auf ihre Gasfestigkeit Spannungsbelastungen gegenüber. Diese Gasfestigkeit liegt nun aber umso besser, je höher in den Mineralölen der Anteil an aromatischen Kohlenwasserstoffen ist, d.h.

- 8 -

POOR ORIGINAL

- 7 -

3. Zusammenfassung und Schlußfolgerungen.

Will man aus dem Dargelegten die Schlußfolgerungen ziehen, so kann man dies für den Einsatz des Polyäthylens in der Kondensatorenindustrie wiederum nur unterteilt, nach den jeweiligen Anwendungszwecken vornehmen.

Danach ergeben sich im einzelnen folgende Situationen:

3.1 Für den Einsatz von Folien als Dielektrikum für Kondensatoren der Nachrichtentechnik.

Maßgebend für diesen Anwendungszweck wäre die Ausnutzung einer den bisherigen Verhältnissen gegenüber erhöhten Wärmebeständigkeit. Setzt man voraus, daß die elektrischen Eigenschaften von Polyäthylen-Folien denen der Polystyrol-Folien als praktisch gleich anzusprechen sind, und setzt man weiterhin voraus, daß es möglich sein müßte, durch Import von Vestyron-Folien oder von solchen aus Polystyrol VI ebenso wie auch durch entsprechende Folien aus dem in Kürze bei der BUNA im großen herstellbaren neuen Polystyrol-Perlpolymerisat die Wärme-festigkeit bei Kondensatoren aus solchen Folien in der gleichen Höhe wie bei Polyäthylen zu erreichen, so wäre der Einsatz von Polyäthylen-Folien für Kondensatoren der Nachrichtentechnik allein und nur aus diesen Gründen keine unbedingt vordringliche Aufgabe.

3.2 Für den Einsatz von Folien als Dielektrikum für Mittelfrequenz-Kondensatoren in der HF-Wärmetechnik.

Hier ist, - immer betrachtet unter der Voraussetzung praktisch gleicher elektrischer Eigenschaften für Polyäthylen- und Polystyrol-Folien, - entscheidend nicht die Wärmefestigkeit (wie bei den Nachrichten-Kondensatoren), sondern das Verhalten der Kunststoff-Folien Mineralölen gegenüber, die bei diesen Leistungs-Kondensatoren zur Füllung der Hohlräume als Zusatzdielektrikum unbedingt erforderlich sind.

Die Auswahl dieser Öle erfolgt im Hinblick auf ihre Gasfestigkeit Spannungsbelastungen gegenüber. Diese Gasfestigkeit liegt nun aber umso besser, je höher in den Mineralölen der Anteil an aromatischen Kohlenwasserstoffen ist, d.h.

- 8 -

POOR ORIGINAL

- 7 -

3. Zusammenfassung und Schlußfolgerungen.

Will man aus dem Dargelegten die Schlußfolgerungen ziehen, so kann man dies für den Einsatz des Polyäthylens in der Kondensatorenindustrie wiederum nur unterteilt, nach den jeweiligen Anwendungszwecken vornehmen.

Danach ergeben sich im einzelnen folgende Situationen:

3.1 Für den Einsatz von Folien als Dielektrikum für Kondensatoren der Nachrichtentechnik.

Maßgebend für diesen Anwendungszweck wäre die Ausnutzung einer den bisherigen Verhältnissen gegenüber erhöhten Wärmebeständigkeit. Setzt man voraus, daß die elektrischen Eigenschaften von Polyäthylen-Folien denen der Polystyrol-Folien als praktisch gleich anzusprechen sind, und setzt man weiterhin voraus, daß es möglich sein müßte, durch Import von Vestyron-Folien oder von solchen aus Polystyrol VI ebenso wie auch durch entsprechende Folien aus dem in Kürze bei der BUNA im großen herstellbaren neuen Polystyrol-Perlpolymerisat die Wärme-
festigkeit bei Kondensatoren aus solchen Folien in der gleichen Höhe wie bei Polyäthylen zu erreichen, so wäre der Einsatz von Polyäthylen-Folien für Kondensatoren der Nachrichtentechnik allein und nur aus diesen Gründen keine unbedingt vordringliche Aufgabe.

3.2 Für den Einsatz von Folien als Dielektrikum für Mittelfrequenz-Kondensatoren in der HF-Wärmetechnik.

Hier ist, - immer betrachtet unter der Voraussetzung praktischer gleicher elektrischer Eigenschaften für Polyäthylen- und Polystyrol-Folien, - entscheidend nicht die Wärme-
festigkeit (wie bei den Nachrichten-Kondensatoren), sondern das Verhalten der Kunststoff-Folien Mineralölen gegenüber, die bei diesen Leistungs-Kondensatoren zur Füllung der Hohlräume als Zusatzdielektrikum unbedingt erforderlich sind.

Die Auswahl dieser Öle erfolgt im Hinblick auf ihre Gasfestigkeit Spannungsbelastungen gegenüber. Diese Gasfestigkeit liegt nun aber umso besser, je höher in den Mineralölen der Anteil an aromatischen Kohlenwasserstoffen ist, d.h.

- 8 -

POOR ORIGINAL

- 7 -

3. Zusammenfassung und Schlussfolgerungen.

Will man aus dem Dargelegten die Schlussfolgerungen ziehen, so kann man dies für den Einsatz des Polyäthylens in der Kondensatorenindustrie wiederum nur unterteilt, nach den jeweiligen Anwendungszwecken vornehmen.

Danach ergeben sich im einzelnen folgende Situationen:

3.1 Für den Einsatz von Folien als Dielektrikum für Kondensatoren der Nachrichtentechnik.

Maßgebend für diesen Anwendungszweck wäre die Ausnutzung einer den bisherigen Verhältnissen gegenüber erhöhten Wärmebeständigkeit. Setzt man voraus, daß die elektrischen Eigenschaften von Polyäthylen-Folien denen der Polystyrol-Folien als praktisch gleich anzusprechen sind, und setzt man weiterhin voraus, daß es möglich sein müßte, durch Import von Vestyron-Folien oder von solchen aus Polystyrol VI ebenso wie auch durch entsprechende Folien aus dem in Kürze bei der BUNA im großen herstellbaren neuen Polystyrol-Perlpolymerisat die Wärme-festigkeit bei Kondensatoren aus solchen Folien in der gleichen Höhe wie bei Polyäthylen zu erreichen, so wäre der Einsatz von Polyäthylen-Folien für Kondensatoren der Nachrichtentechnik allein und nur aus diesen Gründen keine unbedingt vordringliche Aufgabe.

3.2 Für den Einsatz von Folien als Dielektrikum für Mittelfrequenz-Kondensatoren in der HF-Wärmetechnik.

Hier ist, - immer betrachtet unter der Voraussetzung praktischer gleicher elektrischer Eigenschaften für Polyäthylen- und Polystyrol-Folien, - entscheidend nicht die Wärme-festigkeit (wie bei den Nachrichten-Kondensatoren), sondern das Verhalten der Kunststoff-Folien Mineralölen gegenüber, die bei diesen Leistungs-Kondensatoren zur Füllung der Hohlräume als Zusatzdielektrikum unbedingt erforderlich sind.

Die Auswahl dieser Öle erfolgt im Hinblick auf ihre Gasfestigkeit Spannungsbelastungen gegenüber. Diese Gasfestigkeit liegt nun aber umso besser, je höher in den Mineralölen der Anteil an aromatischen Kohlenwasserstoffen ist, d.h.

- 8 -

POOR ORIGINAL

- 8 -

das Öl weitgehendst naphthenbasischen Charakter trägt. Der aromatische Charakter des Polystyrols andererseits - gleichviel, ob es sich dabei um das Blockpolymerisat III bzw. VI oder das Vestyron, bzw. das Perl-Polymerisat der BUNA handelt, - bedingt wieder eine erhöhte Löslichkeit der daraus hergestellten Reckfolien in naphthenbasischen Mineralölen.

Es ist daher außerordentlich schwer, bei Verwendung von Polystyrol-Folien, diesen gegenüber, neutrale und gleichzeitig auch gasfeste Öle zu finden, bzw. durch besondere selektive Raffinationsmethoden in der Mineralöl-Industrie zu entwickeln.

Wesentlich günstiger verhalten sich Polyäthylen-Folien Mineralölen gegenüber. In Anbetracht ihres Paraffin-Kohlenwasserstoff-Charakters sind sie in fast allen Mineralöltypen, besonders aber in den naphthenbasischen und somit auch den gasfesten weder quellbar noch löslich.

Der Einsatz von Polyäthylen-Folien für diese Kondensatorenart würde es also ermöglichen, als Zusatzdielektrikum zum Füllen der Wickelhohlräume im Kondensator in der üblichen Weise raffinierte, gasfeste Mineralöle auf Naphthenbasis zu verwenden und somit ein schwieriges Komplexproblem sofort und leicht zu lösen.

3.3 Für den Einsatz als Gehäuse- bzw. Gehäuseteile- oder Umhüllungs-Werkstoff für Kondensatoren kleinerer Abmessungen.

Für diesen Anwendungszweck sind von maßgebender Bedeutung:

- 3.3.1 erhöhte Wärmebeständigkeit,
- 3.3.2 einwandfreies Tieftemperaturverhalten,
- 3.3.3 geringste Wasserdampfdurchlässigkeit.

Bezüglich der Faktoren 3.3.1 und 3.3.2 ist festzustellen, daß sich Polyäthylen in weitem Temperaturbereich, sowohl erhöhten, als auch tieferen Temperaturen gegenüber, gut verhält und besser eignet, als das bisher bei uns übliche Polystyrol-Block-Polymerisat.

- 9 -

POOR ORIGINAL

- 9 -

Hinsichtlich des Faktors 3.3.3, der Wasserdampfdurchlässigkeit, dürfte das Polyäthylen, insbesondere z.B. Hochdruck Lupolen H, nach Literaturangaben einen um eine Zehnerpotenz besser liegenden Wasserdampfdurchlässigkeitskoeffizienten, als Polystyrol besitzen. Hinzu kommt bei Polyäthylen noch die Möglichkeit, diesen Faktor durch entsprechende Zusätze und geeignete Mischungskombinationen weiter zu verbessern.

Wenn hiernach die Verwendung von Polyäthylen für Gehäuse- bzw. Umhüllungszwecke bei Kondensatoren eine Reihe von Vorteilen im Vergleich zum Polystyrol bietet, so zeichnet sich die absolute Notwendigkeit eines vordringlichen Einsatzes auf diesem Gebiet z.Zt. noch nicht nachdrücklichst genug ab. Man kann jedoch auch hier schon sagen, steht einmal Polyäthylen in größerem Umfang zur Verfügung, so dürfte auch bei diesem Anwendungszweck für manches z. Zt. noch ungelöste Problem durch das Polyäthylen eine brauchbare Lösung gefunden werden.

Alles in allem gesehen, würde das Polyäthylen in den verschiedenen Anwendungsmöglichkeiten der Kondensatoren-Industrie zu weiterem technischen Fortschritt verhelfen.

POOR ORIGINAL

VEB CHEMISCHE WERKE BUNA

Schkopau, den 2. 2. 1957
H-Labor, DC.Duda/Wy- 3623

50X1-HUM

Über die Versuchsfabrikation von Polyesterharzen in Schkopau und die
Eigenschaften der hier erzeugten Typen:

=====

Kunstharze auf der Basis ungesättigter Polyester mit Vinylmonomeren als Vernetzungsmittel sind eigentlich keine neue, moderne Stoffklasse in der großen Kunststoff-Familie. Das erste deutsche Patent datiert aus dem Jahre 1933. Dann folgen 1936 eine Reihe amerikanischer Patente, die um 1940 zur technischen Herstellung ungesättigter Polyester und ihrer Anwendung als Laminarharz führten. Als Schichtstoff hauptsächlich in Verbindung mit Glasfasern fanden die ungesättigten Polyesterharze Eingang in die verschiedensten Industriezweige.

Im VEB Chemische Werke Buna begannen die ersten Laboratoriumsarbeiten 1952, die nach einer längeren Unterbrechung Mitte 1955 wieder aufgenommen wurden und im vergangenen Jahr zur Aufstellung einer kleintechnischen Versuchsanlage führten.

Zusammensetzung und Ausgangsstoffe

Die Laboratoriumsversuche zur Herstellung von ungesättigten Polyestern hatten zum Ziel, die Übertragung in den Technikumsmaßstab vorzubereiten und bald danach eine Versuchsproduktion in Gang zu bringen, nachdem die Ausgangsstoffe dafür im Buna-Werk in idealer Weise vorhanden waren.

Ungesättigte Polyester entstehen durch Polykondensation von Dicarbonsäuren mit zweiwertigen Alkoholen, bei denen wenigstens einer der Reaktionsteilnehmer eine Doppelbindung enthält. Als Dicarbonsäuren kommen an erster Stelle Maleinsäure, Pimarsäure und Itakonsäure in Betracht, die durch gesättigte Säuren wie Phthalsäure, Bernsteinsäure, Adipinsäure u. a. teilweise ersetzt werden können. Unter den zweiwertigen Alkoholen, die hauptsächlich zur Anwendung gelangen, sind Äthylenglykol und Polyäthylenglykol zu nennen, neben Propan- und Butandiolen. Außer der Itakonsäure sind alle aufgezählten Verbindungen Großprodukte,

50X1-HUM

POOR ORIGINAL

VER CHEMISCHE WERKE BUNA

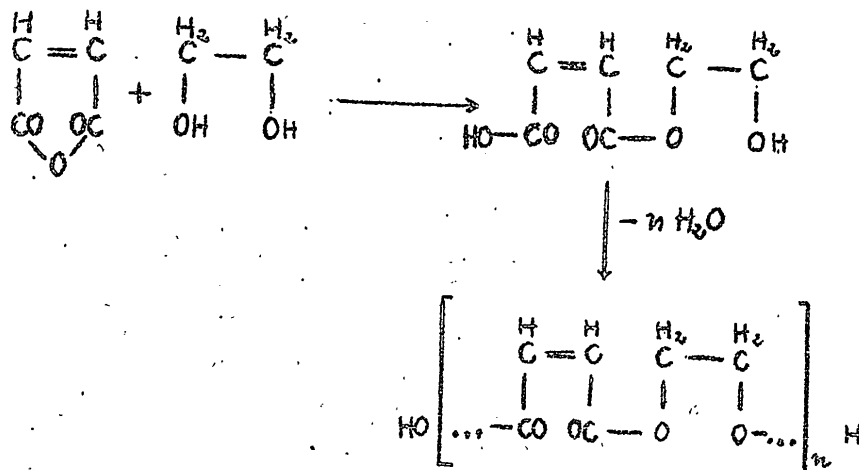
- 2 -

Neben- und Entwicklungsprodukte der Chemischen Werke Buna. Die Adipinsäure ist außerdem ein größeres Verkaufsprodukt der benachbarten Leuna-Werke, bei deren Herstellung wiederum Bernsteinsäure als Nebenprodukt anfällt.

Unter den Vinylmonomeren als Vernetzungsmittel dominiert unter allen handelsüblichen Typen der ungesättigten Polyester in den Nachbarländern das Styrol - ebenfalls ein Großprodukt der Buna-Werke. Andere Monomere stehen hier noch zur Verfügung, deren Einsatz für weitere Versuche interessant werden kann.

Herstellung der Polyesterharze

Die Kondensation einer Dicarbonsäure mit zweiwertigen Alkoholen führt in der Hauptsache zu linearen Polyestern.



Die Polykondensation in der Schkopauer Versuchsanlage verläuft diskontinuierlich in einen Rührkessel, der mit Mitteldruckdampf beheizt wird. Maleinsäureanhydrid wird beispielsweise in der äquivalenten Menge Diäthylenglykol gelöst. Bei Kondensationstemperaturen von 150 bis 200°C destilliert das mit fortschreitender Veresterung entstehende Wasser ab, unterstützt durch ein leichtes Durchströmen der Apparatur mit Inertgas. Mit dem Wasser werden geringe Mengen an Säure mitgeführt, während am Ende auch etwas Alkohol im Kondensat erscheint.

Der Kondensationsgrad läßt sich an Hand der gemessenen Säurezahlen und Brechung indices verfolgen. Das aus der Säurezahl errechnete Molekulargewicht bewegt sich zwischen 1000 und 2000. Ungesättigte Polyester von dieser Größenordnung sind noch gießfähige viskose Flüssigkeiten von gelber Farbe und mit Vinylmonomeren verträglich. Die Doppelbindungen in der Polyesterkette führen in Gegenwart von Wärme, Licht oder Sauerstoff zu weiteren Polymerisationsreaktionen.

- 3 -

POOR ORIGINAL

VEB CHEMISCHE WERKE BUNA

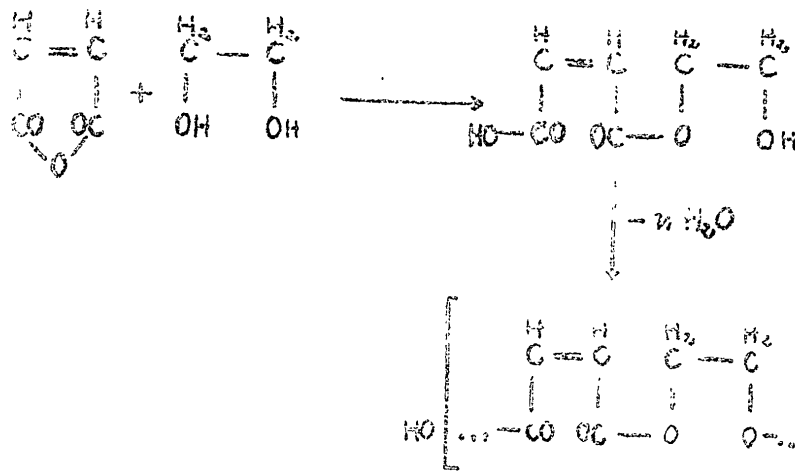
- 2 -

Neben- und Entwicklungsprodukte der Chemischen Werke Buna. Die Adipinsäure ist außerdem ein größeres Verkaufsprodukt der benachbarten Leuna-Werke, bei deren Herstellung wiederum Bernsteinsäure als Nebenprodukt anfällt.

Unter den Vinylmonomeren als Vernetzungsmittel dominiert unter allen handelsüblichen Typen der ungesättigten Polyester in den Nachbarländern das Styrol - ebenfalls ein Großprodukt der Buna-Werke. Andere Monomere stehen hier noch zur Verfügung, deren Einsatz für weitere Versuche interessant werden kann.

Herstellung der Polyesterharze

Die Kondensation einer Dicarbonsäure mit zweiwertigen Alkoholen führt in der Hauptsache zu linearen Polyestern.



Die Polykondensation in der Schkopauer Versuchsanlage verläuft diskontinuierlich in einem Rührkessel, der mit Mitteldruckdampf beheizt wird. Maleinsäureanhydrid wird beispielsweise in der äquivalenten Menge Diäthylenglykol gelöst. Bei Kondensationstemperaturen von 150 bis 200°C destilliert das mit fortschreitender Veresterung entstehende Wasser ab, unterstützt durch ein leichtes Durchströmen der Apparatur mit Inertgas. Mit dem Wasser werden geringe Mengen an Säure mitgeführt, während am Ende auch etwas Alkohol im Kondensat erscheint.

Der Kondensationsgrad läßt sich an Hand der gemessenen Säurezahlen und Brechungsindices verfolgen. Das aus der Säurezahl errechnete Molekulargewicht bewegt sich zwischen 1000 und 2000. Ungesättigte Polyester von dieser Größenordnung sind noch gießfähige viskose Flüssigkeiten von gelber Farbe und mit Vinylmonomeren verträglich. Die Doppelbindungen in der Polyesterkette führen in Gegenwart von Wärme, Licht oder Sauerstoff zu weiteren Polymerisationsreaktionen.

VEB CHEMISCHE WERKE BUNA

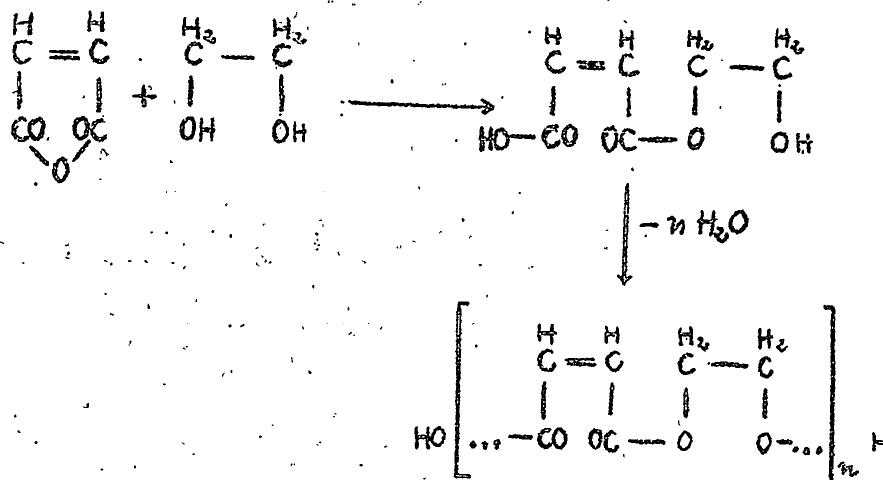
- 2 -

Neben- und Entwicklungsprodukte der Chemischen Werke Buna. Die Adipinsäure ist außerdem ein größeres Verkaufsprodukt der benachbarten Leuna-Werke, bei deren Herstellung wiederum Bernsteinsäure als Nebenprodukt anfällt.

Unter den Vinylmonomeren als Vernetzungsmittel dominiert unter allen handelsüblichen Typen der ungesättigten Polyester in den Nachbarländern das Styrol - ebenfalls ein Großprodukt der Buna-Werke. Andere Monomere stehen hier noch zur Verfügung, deren Einsatz für weitere Versuche interessant werden kann.

Herstellung der Polyesterharze

Die Kondensation einer Dicarbonsäure mit zweiwertigen Alkoholen führt in der Hauptsache zu linearen Polyestern.



Die Polykondensation in der Schkopauer Versuchsanlage verläuft diskontinuierlich in einen Rührkessel, der mit Mitteldruckdampf beheizt wird. Maleinsäureanhydrid wird beispielsweise in der äquivalenten Menge Diäthylenglykol gelöst. Bei Kondensationstemperaturen von 150 bis 200°C destilliert das mit fortschreitender Veresterung entstehende Wasser ab, unterstützt durch ein leichtes Durchströmen der Apparatur mit Inertgas. Mit dem Wasser werden geringe Mengen an Säure mitgeführt, während am Ende auch etwas Alkohol im Kondensat erscheint.

Der Kondensationsgrad läßt sich an Hand der gemessenen Säurezahlen und Brechungsindizes verfolgen. Das aus der Säurezahl errechnete Molekulargewicht bewegt sich zwischen 1000 und 2000. Ungesättigte Polyester von dieser Größenordnung sind noch gießfähige viskose Flüssigkeiten von gelber Farbe und mit Vinylmonomeren verträglich. Die Doppelbindungen in der Polyesterkette führen in Gegenwart von Wärme, Licht oder Sauerstoff zu weiteren Polymerisationsreaktionen.

- 3 -

POOR ORIGINAL

VEB CHEMISCHE WERKE BUNA

- 3 -

Diese "Alterungserscheinungen" äußern sich in einer Gelbildung und können durch Zusatz eines Stabilisierungsmittels, beispielsweise Hydrochinon, für längere Zeit hintangehalten werden. Der stabilisierte Polyester wird mit ca. 30 % Styrol zu einer klaren Lösung gemischt und ist damit versandfertig.

Eigenschaften der Polyesterharze

Die Polyester-Styrolmischung, kurz das "Polyesterharz Schkopau", ist eine gießfähige, viskose gelbliche und klare Flüssigkeit. Die Jodfarbzahl liegt zwischen 2 und 5, die Dichte etwas über 1,1. Die Brechungsindices bei 20° werden je nach Typ zwischen 1,52 und 1,53 gefunden.

Auch die Viskosität ist von der Zusammensetzung der Polyesterharze abhängig. Die vielen Variationsmöglichkeiten allein in der Wahl der Ausgangsstoffe gestatten Harze herzustellen, deren Viskosität ein Gebiet von einigen hundert bis mehreren tausend cP umfaßt. Unsere zur Zeit lieferbare Type hat bei 25° einen η -Wert von 400-800 cP.

Mit fortschreitender Lagerungsdauer steigt die Viskosität an. Diese Alterung, die einer durchgreifenden Gelierung vorangeht, läßt sich durch Stabilisatoren nur für eine begrenzte Zeit ausschalten. Der geringen Lagerungsbeständigkeit von etwa 6 Monaten ist sowohl vom Hersteller als auch vom Verarbeiter Rechnung zu tragen. Für beide ergibt sich daraus eine beschränkte Lagerhaltung und die Beachtung des Ausschlusses von Luft, Licht und Wärme bei der Aufbewahrung.

Verarbeitung der Polyesterharze

Diese bei der Alterung auftretenden Vorgänge sind jedoch durchaus erwünscht bei der Verarbeitung von Polyesterharzen. Die Gelbildung und fortschreitende Vernetzung der Polyesterharze führt am Ende zu harten, elastischen Produkten, die zu den Duroplasten gerechnet werden müssen; sie lassen sich durch höhere Temperaturen nicht verformen oder gar verflüssigen. Diese Härtung ist die Folge einer dreidimensionalen Vernetzung durch Mischpolymerisation der ungesättigten linearen Polyesterketten mit Vinylmonomeren, in unserem Falle mit Styrol. Sie läßt sich wie jede Polymerisation durch Katalysatoren und Temperaturen beschleunigen. Analog zu den Tieftemperaturpolymerisationsverfahren lassen sich auch hier Redoxsysteme finden, die eine Härtung auch bei niedrigen Raumtemperaturen gestatten.

Die Vernetzungsreaktion erfolgt ohne Abspaltung flüchtiger Reaktionsprodukte und läßt sich daher drucklos in beliebigen Formen durchführen. Als Katalysatoren

- 4 -

POOR ORIGINAL

VEB CHEMISCHE WERKE BUNA

- 4 -

werden organische Peroxyde oder Hydroperoxyde verwendet, meist in Form von Pasten, die eine gefahrlose Handhabung gestatten. Das gebräuchlichste Peroxyd für die Heißhärtung bei 80-120° ist Dibenzoylperoxyd. Bei der Kalthärtung wird der Polyester-Katalysator-Mischung noch Beschleunigerlösung zugesetzt. Die Vernetzungsreaktion verläuft exotherm. Die durch Wärmestau hervorgerufene Rißanfälligkeit, besonders bei dickwandigen Gießlingen, kann durch Verwendung von Katalysatormischungen oder durch Verschnitten mit elastischeren Polyesterharztypen vermieden werden. Ein langsamer Polymerisationsverlauf ist in jedem Falle anzustreben. Klebrige Oberflächen werden bei offenen Formen durch die Anwesenheit von Luftsauerstoff verursacht. Sie lassen sich durch Abdecken mit Kunststoff-Folien während des Härtens vermeiden.

Nährer Angaben sind den Verarbeitungsvorschriften unseres vorläufigen Merkblattes zu entnehmen, daß jeder Kunde beim Bezug von Polyesterharz zusammen mit den notwendigen Katalysator- und Beschleunigermengen erhält.

Eigenschaften des gehärteten Polyesterharzes

Art und Menge des Katalysators, Temperatur und Dauer des Härtvorgangs beeinflussen die Eigenschaften des Endproduktes. Der ausgehärtete Gießling ist ein klarer, glasartiger Körper von schwach gelblicher bis bernsteingelber Farbe. Die Schrumpfung während der Härtung beträgt 5-8 % und ist nur zu einem geringen Teil durch Verdunsten des Styrols verursacht, vor allem bei offenen Formen. Viel mehr tritt bei der Vernetzung eine innere Volumenkontraktion ein, die sich in der Zunahme des spez. Gewichtes bemerkbar macht.

Die Chemikalienbeständigkeit ist abhängig von der Zusammensetzung des Polyesterharzes und dem Härtungszustand des Gießlings. Gegen verdünnte Säuren, mit Ausnahme der Salpetersäure, und verdünnte Alkalien sind die ausgehärteten Polyesterharze beständig. Unter den organischen Lösungsmitteln sind es Aceton, einige aliphatische Chlorkohlenwasserstoffe, Dimethylformamid und vereinzelt auch Tetrahydrofuran, die nach einer Einwirkungsdauer von einigen Tagen den Gießling zerstören. Die Wasseraufnahme ist ebenfalls vom Harztyp abhängig. Sie liegt bei unserem jetzigen Polyesterharz mit 2-3 % noch verhältnismäßig hoch.

Die mechanischen Eigenschaften weisen keine Besonderheiten auf. Sie sind bei glasfaserarmierten Schichtstoffen vom Glasgehalt und den technologischen Eigenschaften der Glasfasern in starkem Maße abhängig. Die Verwendung von alkalifreien Gläsern darf als bekannt vorausgesetzt werden. Hier liegen die augenblicklichen Schwierigkeiten. Die Erzeugung an alkaliarmen Gläsern in der DDR reicht bei

- 5 -

POOR ORIGINAL

VEB CHEMISCHE WERKE BUNA

- 5 -

weitem nicht aus, um die jetzt vorhandene noch kleine Polyesterproduktion aufzunehmen.

Die augenblicklich in Schkopau zur Ausgabe kommende Polyestertype war zunächst für eine Verarbeitung zu Glasfaserschichtstoffen entwickelt worden. Die elektrischen Eigenschaften wurden daher nicht besonders in die Höhe getrieben. Die Säurezahl der Polyesterharze ist kleiner als 30, das entspricht - wenn man es so ausdrücken kann - einem Restgehalt von etwa 6 % freier Maleinsäure. Dazu kommt die bereits erwähnte Aufnahme von Wasser mit 2-3 % bei einer Wasserlagerung von 11 Tagen bei 20°. Beides beeinträchtigt den Isolationswert des Polyesters.

Elektr. Eigenschaft	Polyesterharz Schkopau	Labortype S 12
Dielektrizitätskonstante	v.d. Wasserl./n. 11d Wasserl.	
20°/50 Hz	4,5/5,8	3,5/3,6
20°/800 Hz	4,4/5,5	3,3/3,5
Dielektr. Verlustfaktor tgδ		
20°/50 Hz	0,017/0,018	0,009/0,010
20°/800 Hz	0,033/0,027	0,020/0,020
Durchgangswiderstand cm	$5,7 \times 10^{15} / 5,1 \times 10^{12}$	$1 \times 10^{15} / 7,9 \times 10^{11}$
Durchschlagsfestigkeit kV/mm	26/26	24/25
Wasseraufnahme %		
1 h/100°	2,54	0,89
11 d/20°	2,85	0,47

Die elektrischen Eigenschaften der Labortype sind bereits deutlich besser als die der Polyesterharze aus der normalen Versuchsproduktion. Bei uns war, wie bereits erwähnt, die Entwicklungsrichtung eine andere. Als besonders günstig für den Einsatz als Gießharz in der Elektroindustrie ist vielleicht die leichte Handhabung hervorzuheben. Das verhältnismäßig dünnflüssige Polyesterharz kann in kürzester Zeit bei Raumtemperatur durchhärten und läßt als transparenter Gießkörper den Zustand elektrischer Wicklungen oder Kabelverbindungen jederzeit erkennen.

- 5 -

POOR ORIGINAL

VEB. CHEMISCHE WERKE BUNA

- 6 -

Verarbeitungstechnik und Anwendung sind so vielfältig, daß an dieser Stelle nur einiges angedeutet werden konnte. Die ungesättigten Polyesterharze gehören mit zu den Kunststoffen, bei denen die letzten, aufbauenden chemischen Reaktionen außerhalb der chemischen Fabrik beim Verarbeiter ablaufen, der nicht nur durch die Formgebung allein, sondern durch Mischung der angebotenen Typen und durch die Wahl der Katalysatorsysteme die gewünschten und erforderlichen Eigenschaften selbst einstellen kann.

50X1-HUM

POOR ORIGINAL

INSTYTUT ELEKTROTECHNIKI

Ad:
TMZ

Nr:

Strona:

1

Dipl. Ing. B. Dryś - Dipl. Ing. J. Winkler

50X1-HUM

14

"ANWENDUNGSPROBLEME

VON EPOXYD HARZEN IN POLNISCHER

ELEKTROINDUSTRIE"

50X1-HUM

POOR ORIGINAL

INSTYTUT ELEKTROTECHNIKI

Zamów:
TMZNr:
Strona: 2

ANWENDUNGSPROBLEME VON EPOXYDHARZEN IN POLNISCHER ELEKTROINDUSTRIE

1. Die Rohstoffe - Analyse bestehender Möglichkeiten

Die Herstellung von Epoxydharzen beruht auf drei Halbfabrikaten:

Glyzerinepichlorhydrin, 4,4'-Dioxydiphenylpropan und Phthalsäureanhydrid.

Die inländischen Bezugsmöglichkeiten dieser Halbfabrikate wären für die breite Anwendungsmöglichkeiten dieser Harze massgebend. Die Analyse der Rohstoffmöglichkeiten wird also die Antwort geben, ob in Polen reale Unterlagen für die breite Anwendung von Epoxydharzen beständen. Glyzerinepichlorhydrin war bis jetzt nicht im technischen Ausmasse hergestellt bzw. nicht für die technischen Zwecke importiert.

Die halbtechnische Synthese mittels angepasster Apparatur ergab ein Halbfabrikat für die Bearbeitung der Harzsynthese und ermöglichte Projektierung einer Apparatur für grössere halbtechnische Synthese, die in diesem Moment in einem Produktionswerk realisiert wird und gegen die Jahrhälfte in Betrieb gesetzt werden soll.

Die Chlorhydrinherstellung basiert und wird basieren auf der Glyzerin fettlicher Herkunft. Diese Tatsache begrenzt hauptsächlich die Harzherstellung.

Man soll die einheimische Chlorhydrinherstellung aus Abfallprodukten nicht erhoffen, wenigstens nur im Fall eines sehr grossen Bedarfes auch für andere Zwecke.

Für Dianherstellung benutzt man Phenol und Azeton. Phenol wird in grösseren Mengen hergestellt, man muss aber fest-

POOR ORIGINAL

INSTYTUT ELEKTROTECHNIKI

Zak.
TMZNr.
Strona: 3

stellen, dass es trotzdem Defizitrohstoff ist, da der Bedarf ~~an~~ mehr als die Herstellung ansteigt.

Dies ist aber eine normale Erscheinung und es soll in Zukunft keine grösseren Materialschwierigkeiten ergeben. Da die Azetonherstellung beherrscht und im technischen Massstab in Gang gesetzt worden ist, wird der Rohstoffbedarf auch auf diesem Gebiete gesichert.

Zur Zeit wird die Diansynthese ^(den) in dem Bedarf entsprechenden Mengen beherrscht und befindet sich in Realisierung. Bei der Produktionsinbetriebsetzung beachtete man notwendige, hohe Reinheit des Endproduktes, die für die Endsynthese des Epoxydharzes unerlässlich ist.

Über die Herstellungsmöglichkeiten von Phthalsäureanhydrid berichtet die Tatsache, dass Polen letz~~ten~~ens bestimmte Mengen dieses Halbfabrikates exportiert. Diese Tatsache ist durch ein grosses Rohstoffhinterland in Form von Kohlenstoffdestillaten zu klären. Zusammenfassend kann gesagt werden, dass zwei von drei für die Epoxydharzsynthese erforderlichen Grundprodukten in grösserem Massstab hergestellt werden bzw. hergestellt werden können. Das dritte Grundprodukt: die Glycerinchlorhydrin ^{kann} in einigen Jahren bestimmte Rohstoffschwierigkeiten ergeben, die natürlich nur im Fall eines sehr grossen Bedarfes entstehen könnten.

Da die Anwendung der Epoxydharze in der Elektrotechnik durch ihre Eigenschaften begrenzt wird, soll ihr einheimischer Bedarf die Hunderte von Tonnen nicht überschreiten, was rohstoffsmässig wie auch technologisch real ist.

Die Produktionshöhe soll dem aktuellen Bedarf angepasst werden. Zur Zeit, wenn die auf dem Gebiete der Epoxydharzanwendung

POOR ORIGINAL

INSTYTUT ELEKTROTECHNIKI

Zak.
TMZ

Nr:

Strona:

4

geführten Arbeiten noch in hohem Mass einen Versuchscharakter besitzen, wenn wir grundsätzlich mit der Prototypenbearbeitung beschäftigt sind, ist der Harzbedarf nicht gross. Ausreichend sind die von Versuchsfabrik eines Chemischen Institutes und von einem Institut im Ressort Elektrotechnik hergestellten Harzmengen.

Die Bearbeitung der Anwendungstechnologie könnte im Grunde genommen auf den importierten Epoxydharzen basieren, wir basieren aber in Polen auf dem einheimischen Epoxydharzen. Die ausländischen Epoxydharze werden für Vergleichszwecke untersucht.

Wir verfügen z. Bt. über die halbertechnischen Produktions-einrichtungen, die in der Lage sind, einige Tonnen Harz und hat bei ihrer vollen Ausrüstung und rationellen Ausnutzung einige zehn Tonnen Harz jährlich herzustellen.

Auf dieser Harzmenge kann zur Zeit real basiert werden. Diese Menge reicht wahrscheinlich in den Jahren 1957-58 aus. Erst gegen Ende dieser Zeitperiode wird man den Bedarf für die weitere Periode bestimmen können.

Man muss es in Betracht nehmen, dass unabhängig von den elektrotechnischen Anwendungen auch die Anwendungen auf anderen Gebieten entwickelt werden. Diese Tatsache erschwert die Abschätzung des Gesamtbedarfes sogar in den nächsten Jahren.

2. Die einheimischen Epoxydharze

Mit Hilfe von einheimischen halbfabrikaten hat man einige Abarten der für elektrotechnische Anwendungen günstigen Epoxydharze hergestellt.

Anfangs besaßen die Eigenschaften dieser Harze grosse

POOR ORIGINAL

INSTYTUT ELEKTROTECHNIKI

Zaklad:
TMZ

Nr:

Strona:

5

Streuung, die durch geringe Reinheit der Halbfabrikate, besonders des für andere Zwecke hergestellten Dians, verursacht wurde. Dies hatte vor allen Dingen einen grossen ungünstigen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften des ausgehärteten Harzes. /z.B. Zugfestigkeit, Schlagbiegefestigkeit u.s.w./.

Nach der Dianreinigung und dann nach seiner Gewinnung in grösserem Massstab in einem besser gereinigten Zustand verbesserten sich grundsätzlich die Eigenschaften der gehärteten Harze.

Die letztens erreichten Ergebnisse stehen den Katalogeigenschaften der Harze "Araldit" /Firma CIBA/ bzw. der tschechoslovakischen Harze "UPON" nicht nach. In manchen mechanischen so wie elektrischen Eigenschaften sind sie sogar überlegen.

/Siehe Anhang - Zusammenstellung I/ Auf Grund der bisherigen Messergebnisse hat man vorläufige Technische Bedingungen für eine Epoxydharztype bearbeitet. Zur halbtechnischen Produktion kommt eine zweite Harztype. /Unter dem Typenbegriff versteht

man die reinen Harze ohne irgendwelchen Lösungsmittelzusatz. Die Anwendung von verschiedenen Epoxydharztypen wird einerseits von ihren Eigenschaften, andererseits vom Harzpreis abhängig. Das Harz mit einer niedrigeren Viskosität und einem höheren Epoxydkoeffizienten ist teurer als härteres Harz mit niedrigerem Epoxydkoeffizienten, da in die Synthese grösserer Behälter von teurem Chlorhydrin hereinkommt.

Auf den Preis des gehärteten Harzes hat noch, /Einfluss/ der Phthalsäureanhydridgehalt, Einfluss, da der letzte dreimal billiger als Harz ist. Die Möglichkeit grössere Mengen eines billigen Härters dem dünnflüssigeren Harz hinzuzugeben, erniedrigt effektiv die Harzgesamtkosten.

POOR ORIGINAL

INSTYTUT ELEKTROTECHNIKI

Zam. Nr.
TSZNr.
Strona: 6

Man hat sich vor allem auf den mit Phthalsäureanhydrid heisshärtenden Harzen gestützt und die Aminenanwendung nur nebenbei behandelt. Dies wurde durch den Bedarf und die Rohstoffmöglichkeiten verursacht. Man hat die Eigenschaften und ihre Änderungen am Imprägnierepoxydharz mit Epoxydkoeffizienten 0,35 in Abhängigkeit von verschiedenen Parametern untersucht. Man hat auch den Einfluss von Phthalsäureanhydrid geprüft.

Manche Messergebnisse von den angestellten Versuchen werden in den Abb. Nr. 1, 2 u. 3 angegeben.

3. Probleme der Härtungstechnologie und ihr Einfluss auf die Materialeigenschaften.

Die optimalen Epoxydharzeigenschaften können durch Bestimmung entsprechender Härtungstemperatur erreicht werden.

Die Härtungstemperatur soll wegen der Formänderungs^{100%}ständigkeit nach Martens über 100°C liegen, was an Hand der Abb. Nr. 4 verständlich erscheint. Dabei erreicht man nützliche Härtungsdauerverkürzung.

Die Härtungstemperatur über 150°C verursacht Blasen- und Rissbildung, was in hohem Masse die in Abb. 5 gezeigte Schlagbiegefestigkeit des Harzes herabsetzt. Auf die Rissbildung bei höheren Härtungstemperaturen haben noch Einfluss der vergrößerte Volumen/Schrumpf und Ausdehnungsdifferenzen des Harzes u. der mitwirkenden Metalle. Auch die Abb. Nr. 6 zeigt deutlich auf das Vorhandensein einer optimalen Härtungstemperatur, die aus obigen Gründen für einheimische Harze durchschnittlich im Bereich von $120 - 140^{\circ}\text{C}$ liegt, kann aber aus den technologischen Gründen verschoben werden.

Aus technologischen Gründen hat man auch die Härtung bei

POOR ORIGINAL

INSTYTUT ELEKTROTECHNIKI

Zaklad:
TMZ

Nr:

Strona: 7

zwei verschiedenen Temperaturen z.B. bei Härtung von mit Harz imprägnierten Spulen vorgenommen.

Man hat das Harz und die Formen bis auf 150°C erwärmt, um grösstmögliche Dünflüssigkeit zu erreichen. Nach der beendeten Imprägnierung erniedrigte man die Temperatur auf 110°C und setzte bei dieser Temperatur die Aushärtung bis zum Ende fort.

Die Temperatursenkung war erforderlich, um die Rissbildung beim Erkalten des Gutes zu verhüten /Die Wärme-Ausdehnungs-differenz^(zen) des Harzes und Kupfers/.

Die bisher erreichten Messergebnisse ergaben eine hohe Abhängigkeit der mechanischen Harzeigenschaften von der gewählten Härtungstemperatur und Härtungstechnologie.

Dieser Einfluss auf die elektrischen Eigenschaften ist aber beträchtlich geringer, was aus den Abb. Nr. 7 und Nr. 8 zu ersehen ist.

Die Harzeigenschaften, wie auch aus den katalitischen Gründen, die Härtungstechnologie sind in hohem Masse von den angewandten Füllstoffen abhängig.

Die Zusammenstellung II und die Abbildungen Nr. 9 u Nr. 10 zeigen die erreichten mechanischen u. elektrischen Harzeigenschaften in Abhängigkeit von den Füllstoffen. Auf Grund dieser Untersuchungen hat man für verschiedene Erzeugnisse den Porzellanfüllstoff gewählt.

Aus Gründen der Nichtnormalisierung von Quarz und seiner Unhomogenität in verschiedenem einheimischen Gängen ergeben die gemessenen Eigenschaften der mit Quarz gestreckten Harze eine grosse Streuung und befinden sich in einer genaueren

POOR ORIGINAL

INSTYTUT ELEKTROTECHNIKI

Zakł.
TMZNr.
Strona:

8

Untersuchung. Dabei hat sich eine spezielle Quarzmehltreinigung als notwendig erwiesen.

4. Die ausgewählten Probleme der Anwendungstechnologie.

Da die Anwendungstechnologie der Epoxyharze in Polen verhältnismässig jung ist, bestehen ausser der gründlich beherrschten Operationen manche Probleme, die noch einer völligeren Bearbeitung verlangen.

Wir besprechen kurz einige davon:

a/Vakuumimprägnierung - Sublimation von Phthalsäureanhydrid

Wegen viel besserer Eigenschaften der mit Phthalsäureanhydrid heisshärtenden Harze als der dünnflüssigen kalthärtenden Harze, hat man die ersten zur Imprägnierung aller mehrbedeutenden und vor allen Dingen Hochspannungswicklungen angewandt. Infolge verhältnismässig hoher Viskosität dieser Harze war die Vakuumimprägnierung und sogar bei höherer Temperatur unerlässlich. Die Phthalsäureanhydridverluste (während der Härtungsdauer betragen) den Wert einiger Hunderstel je nach der freien Oberfläche des härtenden Harzes.

Bei unsachgemässer Vakuumimprägnierung können diese Verluste bis einige zehn Hunderstel anwachsen. Im Augenblick des Harzensaugens ins Vakuum erfolgt eine günstige Entgasung und ungünstige Sublimation des Phthalsäureanhydrids.

Die Harzentgasung hat nur einen sehr kleinen Einfluss auf Vakuumverschlechterung, die Sublimation aber verschlechtert es stark und bei niedrigem Druck und grosser Vakuumpumpenleistung erreicht das Harzschäumen einen Siedencharakter. Aus diesem Grunde ist die Dichtheit der Imprägnierapparatur sehr wichtig.

Die besten Ergebnisse und die geringsten Anhydridverluste

POOR ORIGINAL

INSTYTUT ELEKTROTECHNIKI

Zam.
TMZ

Nr.

Strona:

9

hat man mit der Vakuumimprägnierung erreicht, jedoch im Augenblick des Harzeinlassens sperrte man das Imprägnierbehälter von der Pumpe ab. Dabei war, wie erwähnt, eine gute Dichtigkeit der Apparatur notwendig, und möglichst kleines Behältervolumen erwünscht.

Beim Gießen von Einzelstücken war das Imprägnierbehälter nicht beheizt, weil es festgestellt wurde, dass die Temperaturerniedrigung der oft dickwandigen Formen im angewandten Hochvakuum sehr langsam vor sich geht und die Erwärmung der Form im gewöhnlichen Thermostaten für die Imprägnierungsdauer ganz ausreicht.

Bei Beachtung dieser Probleme und bei handlicher Manipulation können Anhydridverlaste minimal sein und für die Eigenschaften der erhaltenen Isolierung belanglos werden.

b/Beherrschungsproblem verschiedener Wärmeausdehnung.

Besonders bei grossen Abmessungen kommt ungünstig die Wärmeausdehnung der Harze zum Vorschein, die einigemal grösser als diejenige der Metalle ist.

Die unorganischen Füllstoffe setzen sie beträchtlich herab. Es entsteht aber ein Problem verschiedener Wärmeausdehnung zwischen dem Imprägnierharz und dem äusseren mit Füllstoffen gestreckten Harz.

Um die an den Tagentialflächen zu hohen Spannungen zu vermeiden, die zur Rissbildung führen könnten, hat man vorgeschlagen, das Imprägnierharz erst nicht vollständig zu härten, sondern es nach dem Erreichen des gallertartigen Anfangszustandes mit einem gestreckten Harze umzugliessen.

Die während der Härtungsdauer erfolgende Diffusion der

POOR ORIGINAL

INSTYTUT ELEKTROTECHNIKI

Załącznik:
TMZNr:
Strona: 10

Harzmeleküle schafft einen milden Übergang von mehr bis zur weniger ausdehnbarem Harz und erniedrigt dadurch viel die inneren Spannungen.

Zwecks der Rissbildungsbeherrschung infolge von Wärmeausdehnungsdifferenzen hat man ausser den elastischen Umwicklungen auf den Metalloberflächen und den Umspinungen an Drähten die Proben mit der schon erwähnten Programmhärtungstemperatur durchgeführt.

Die Programmhärtungstemperatur hat man stufenweise von verhältnismässig niedriger angefangen, vorteilhaft bei grösseren Objektanmassungen angewandt, um die ungünstige infolge der exothermischen Reaktion entstandene Spannungsverteilung zu vermeiden. Die vorgenommenen Konstruktionsänderungen liessen das Giessen bei einmaliger Harzergänzung zu. Eine sehr langsame Kühlung des ganzen Gussstückes im Ofen hat sich auch als notwendig erwiesen.

c/ Formkonstruktionsprobleme

/im Besonderen für Massenherstellung/

Das technologisch sehr günstige Übergiessen von Apparaturteilen, Wicklungen u.s.w. mit dem Epoxydharz gibt grosse Vorteile in der Massenfertigung bzw. wenigstens in Serienfertigung unter der Bedingung einer zweckmässigen Giessformgestaltung.

Bei den anfangs im Institut und Industriewerken ausgeführten Prototypen hat man einmalige Folien - bzw. Blechformen angewandt, die nach der Harzaushärtung abgerissen und entfernt wurden.

Bei der Serienfertigung ist solche Technologie unzweck-

POOR ORIGINAL

INSTYTUT ELEKTROTECHNIKI

Zak.
THZNr:
Strona: 11

mässig. Man ist deswegen zu den Dickwandigen, leicht abnehmbaren, geteilten Giessformen übergegangen, Trotz der einfachen Technologie der offenen Formen mit freier Harzoberfläche war man bestrebt, sie durch die geschlossenen Formen zu ersetzen, Die geschlossenen Formen geben dem Fertigstück eine Endgestalt und machen im Fall des harten unorganischen Füllmittels sehr kostspielige und arbeitszeitraubende Endbearbeitung überflüssig. Die Formen dieser Typen hat man bis jetzt für Prototyp - und für die Untersuchungen bestimmten Prüfspulen angewandt. Zur Zeit werden sie nach oben angegebenen Richtlinien für konkrete Erzeugnisse bearbeitet.

5. Bisherige ausgeführte Anwendungen. /Beispiele/.

Mit Hilfe von einheimischen Epoxydharzen hat man Prototypen angefertigt, eine Reihe von Prototypen befindet sich im Bau bzw. Bearbeitung.

Von verschiedenen Ausführungen, die die Epoxydharze als Klebharze anwenden, könnte man beispielsweise einen /im Elektrotechnischen Institut/ angefertigten Hufeisenmagnetkern für die Permeabilitätsmessungen der unmagnetischen Legierungen nennen. Der Kern ist aus umgebogenen Blechstreifen heiss zusammengeklebt und bildet ohne biskerige Nietung einen festen Block. Beim Konstruieren vieler Prototyp - Messgeräte wurde das Zusammenkleben einzelner Apparaturteile und der imprägnierten Spulen zur Unterlage mittels Epoxydharze angewandt. Auf diese Weise wurden auch mehrere Verbindungen der Metallteile /z.B. aus Messing/ mit Apparaturisolierteilen hergestellt.

Von den Epoxydharzanwendungen als Giessharze könnte man die durch ein Industriewerk entwickelten Prototypen von Stromwandlern bis 30 kV und Spannungswandlern für 6 und 15 kV nennen.

POOR ORIGINAL

INSTYTUT ELEKTROTECHNIKI

Zak.
TMZNr.
Strona: 12

In der Bearbeitung befindet sich Prototyp eines Spannungswandlers für 30 kV.

In der Serienfertigung werden die Stromwandler für Niederspannung hergestellt.

In anderem Werk wird ein neues Prototyp eines Röntgenapparates für 66kV entwickelt, welches sich schon in einem Endstadium befindet. Im Bau befindet sich auch ein Prüftransformator in Kaskadenschaltung für die Spannung von 500 kV in Trockenausführung mit Epoxydharzisolierung. Von den kleineren Anwendungen könnte man eine Reihe von ausgeführten und mit Epoxydharz gegossenen Durchführungen, Drosseln, Kleintransformatoren und verschiedener Art und Gestalt Spulen für Spezialapparatur erwähnen.

Die weiteren Arbeiten haben den Zweck, die modifizierten Epoxydharze bei den elektrischen Hochspannungsmaschinen im Isolierverband dem "Thermalastic" analog anzuwenden.

POOR ORIGINAL

INSTITUT ELEKTROTECHNIKI		Zaklad: TMZ	Nr: Strona: 13
ZUSAMMENSTELLUNG I. DIE EIGENSCHAFTEN DES EINHEIMISCHEN EPOXYDHAARZES ITS			
L.p.	Eigenschaft	Einheit	Epoxydharz ITS
1.	Wichte	G/cm ²	1,23-1,25
2.	Zugfestigkeit	kg/cm ²	500-800
3.	Stat. Biegefestigkeit		
	a/normale Probekörper	kg/cm ²	800-1650
	b/Mikroprobekörper /Dynstat/	- " -	1350-1850
4.	Schlagbiegefestigkeit		
	a/normale Probekörper	kg/cm/cm ²	12-31
	b/Mikroprobekörper /Dynstat/	- " -	12-25
5.	Formänderungsbeständigkeit nach Mertens	°C	95-105
6.	Spez. Oberflächenwiderstand	$\frac{\text{cm}}{\text{cm}}$	$3 \cdot 10^{16} - 3 \cdot 10^{17}$
7.	Spez. Durchgangswiderstand	cm	$7 \cdot 10^{16} - 1 \cdot 10^{17}$
8.	Diel. Verlustfaktor bei f=50Hz	-	$16-40 \cdot 10^{-4}$
9.	Dielektrizitätskonstante bei f=50Hz	-	3,9-4,1
10.	Dielektr. Festigkeit	kV/mm	16-25

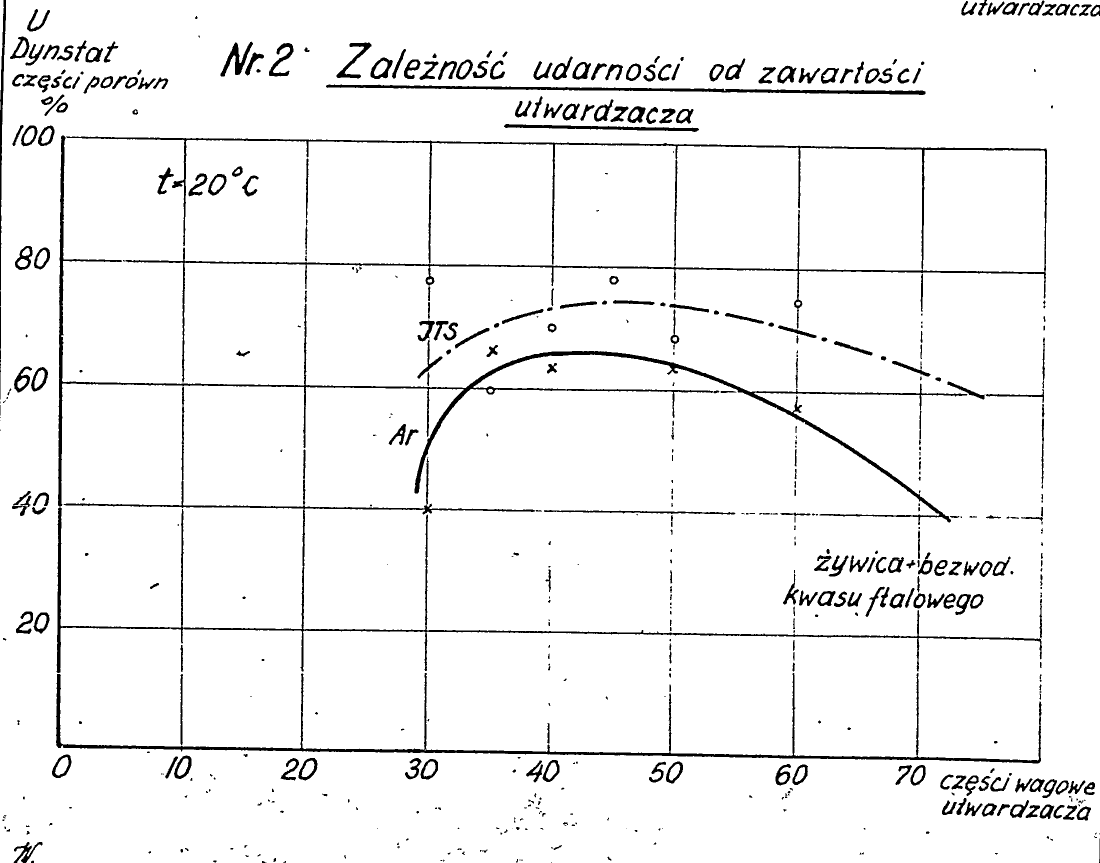
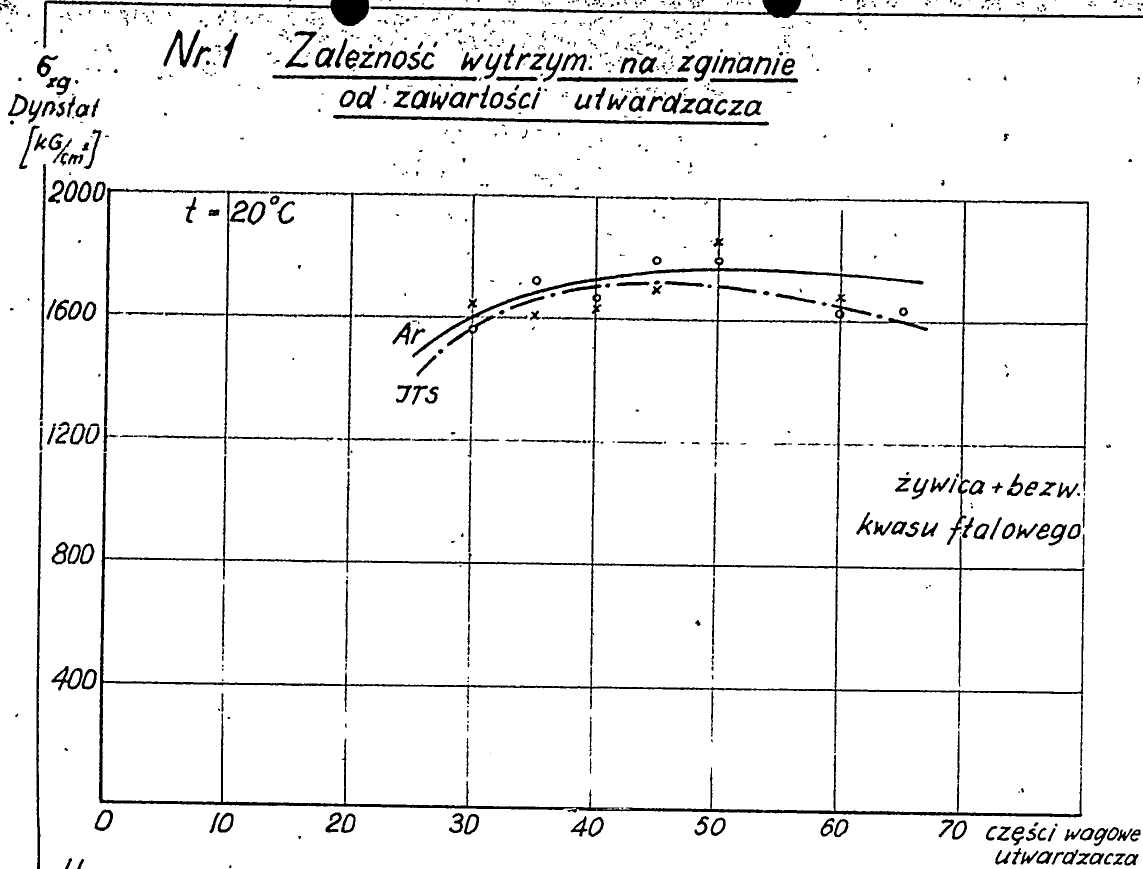
POOR ORIGINAL

INSTYTUT ELEKTROTECHNIKI			Zaklad: TMZ	Nr: Strona: 14	
ZUSAMMENSTELLUNG II.					
DIE WICHTIGSTEN EIGENSCHAFTEN DES EINHEIMISCHEN EPOXYDHARZES NR. 1 MIT VERSCHIEDENEN FÜLLSTOFFEN					
Epoxydharz ITS L.p. mit Füllstoffen	Stat. Biegefest. Dynstat	Schlagbiege- festigkeit Charpy	$\lg 8 \cdot 10^4$ $f=50\text{Hz}$	ϵ $f=50\text{Hz}$	
-	kg/cm ²	kgcm/cm ²	kgcm/cm ²	-	-
1. Talk 170 Gew. Teile	380	2,8	1,2	420	7,4
2. Kaolin 110 - " -	440	2,1	1,2	390	5,9
3. Glimmer 50 - " -	540	3,7	1,5	210	4,9
4. Glaspulver 170 - " -	530	1,6	1,3	160	6,1
5. Quarz 170 - " -	1190	5,1	2,7	350	6,2
6. Porzellan 220 - " -	960	4,4	2,3	180	4,9

Wdm - Zdm 1006/36 - 300

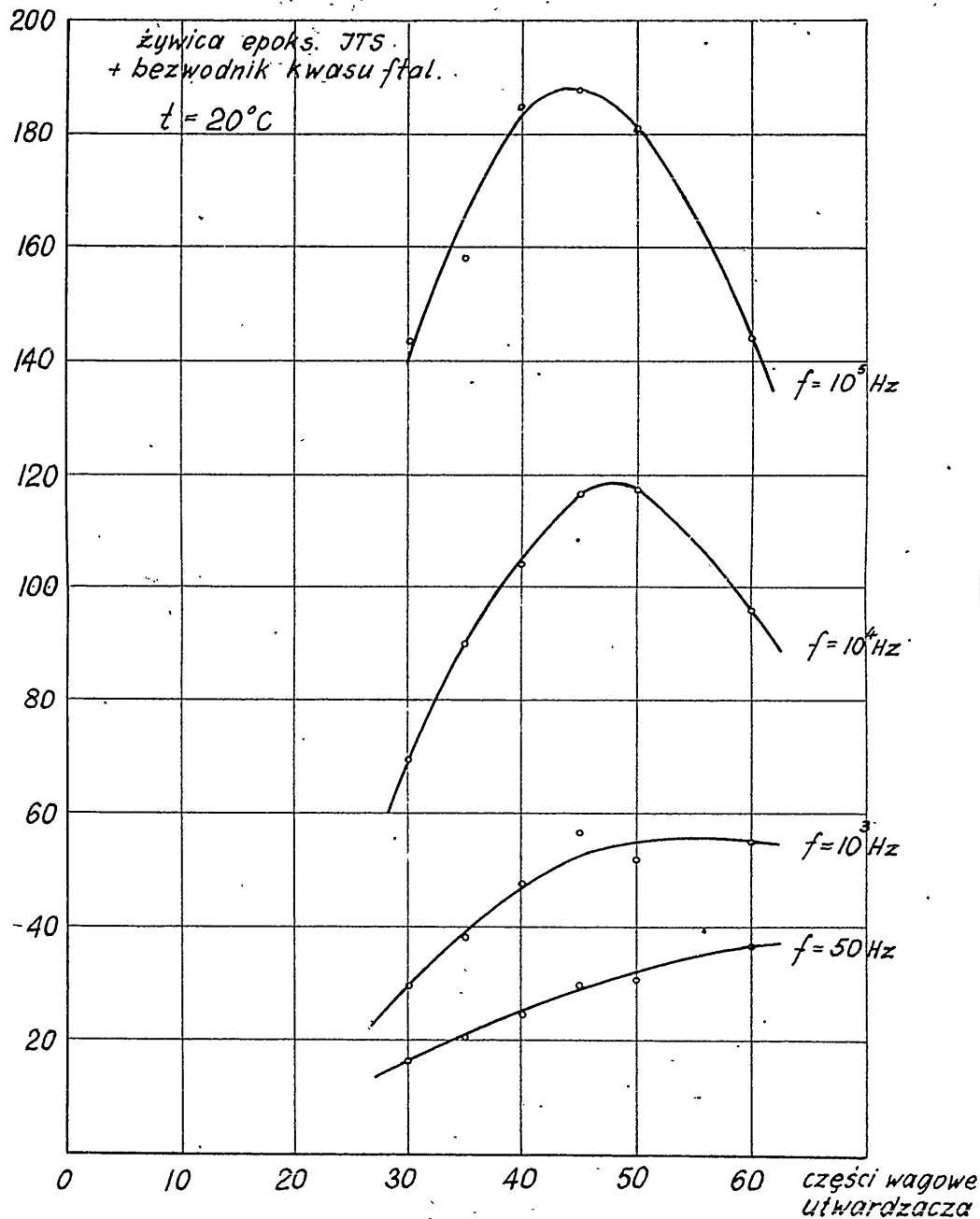
Wdm - Zdm 1000/56 - 5000

POOR ORIGINAL



POOR ORIGINAL

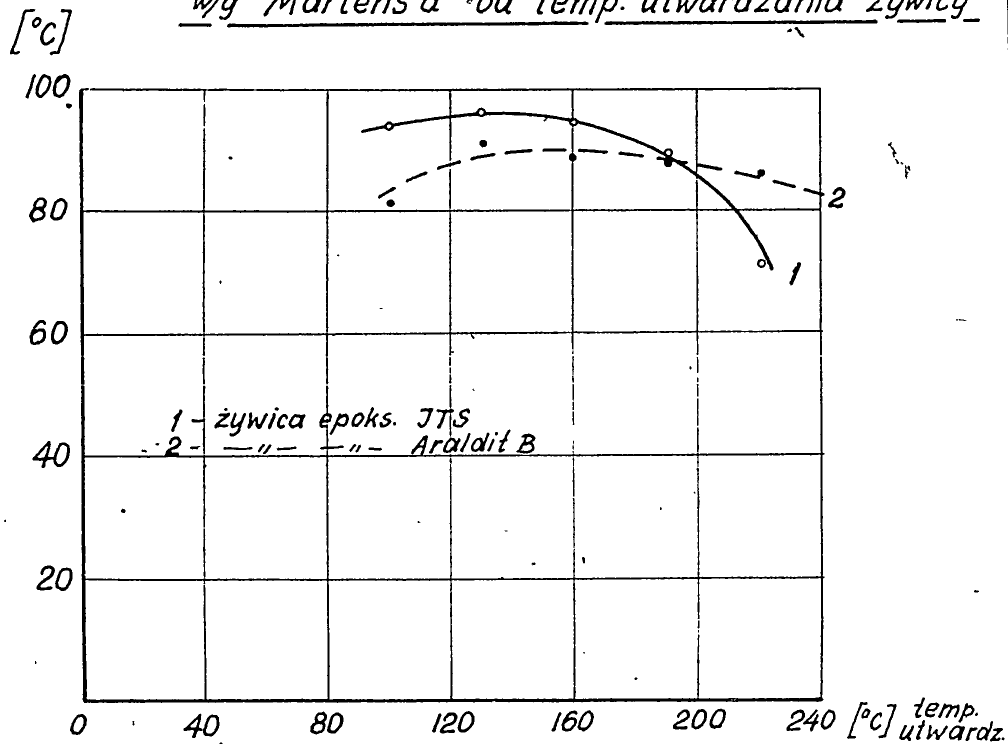
Nr 3 Zależność stratności dielektr. żywicy
od zawartości utwardzacza

 $\text{tg } \delta \cdot 10^4$ 

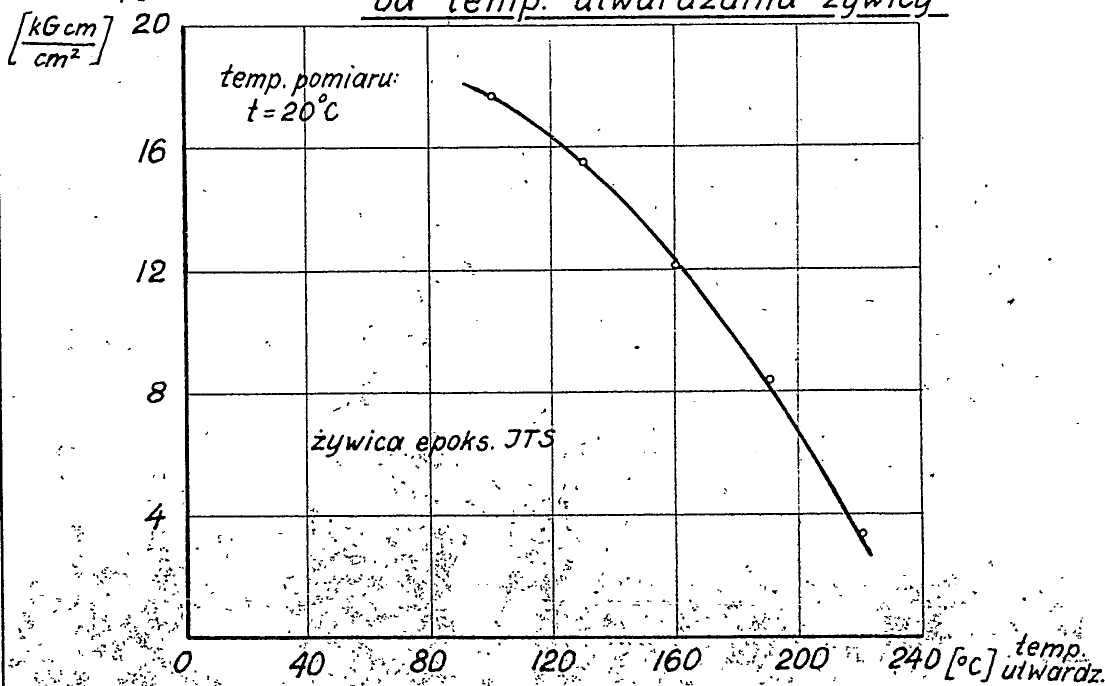
71

POOR ORIGINAL

Nr. 4 Zależność wytrzymałości cieplnej w/g Martens'a od temp. utwardzania żywicy

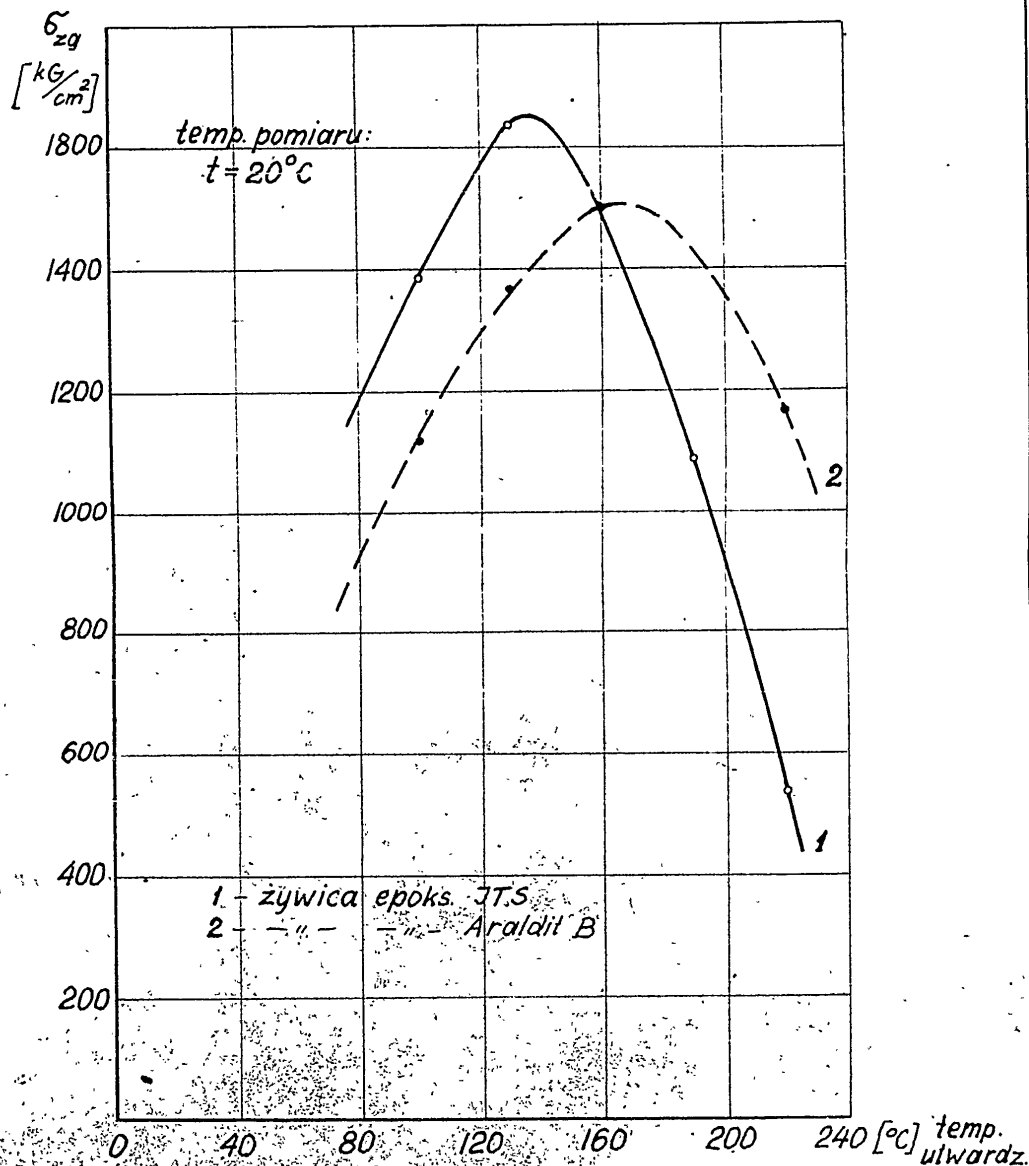


Nr. 5 Zależność udarności (w/g Charpy'ego) od temp. utwardzania żywicy



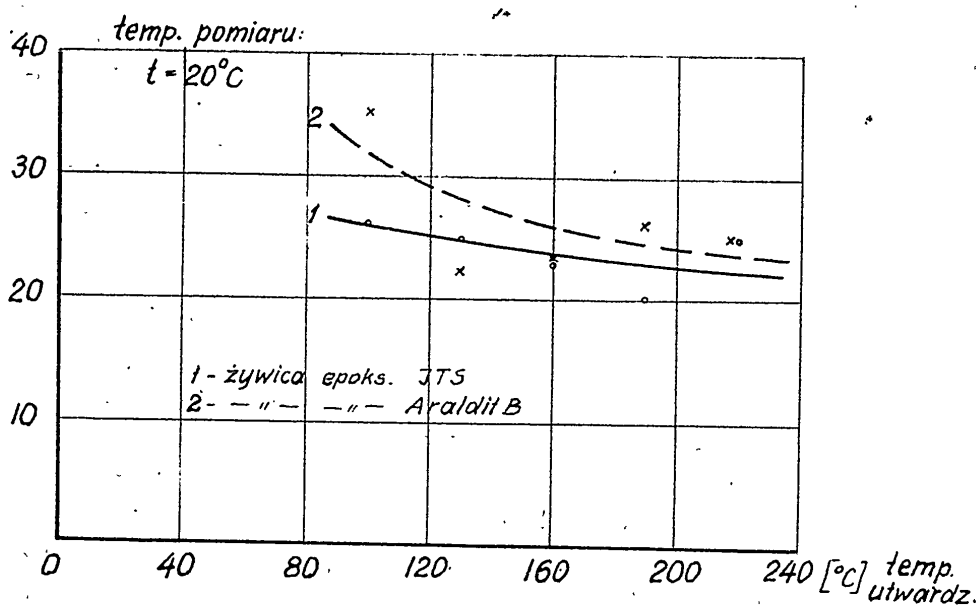
POOR ORIGINAL

Nr. 6 Zależność wytrzymałości na zginanie od temp. utwardzania żywicy



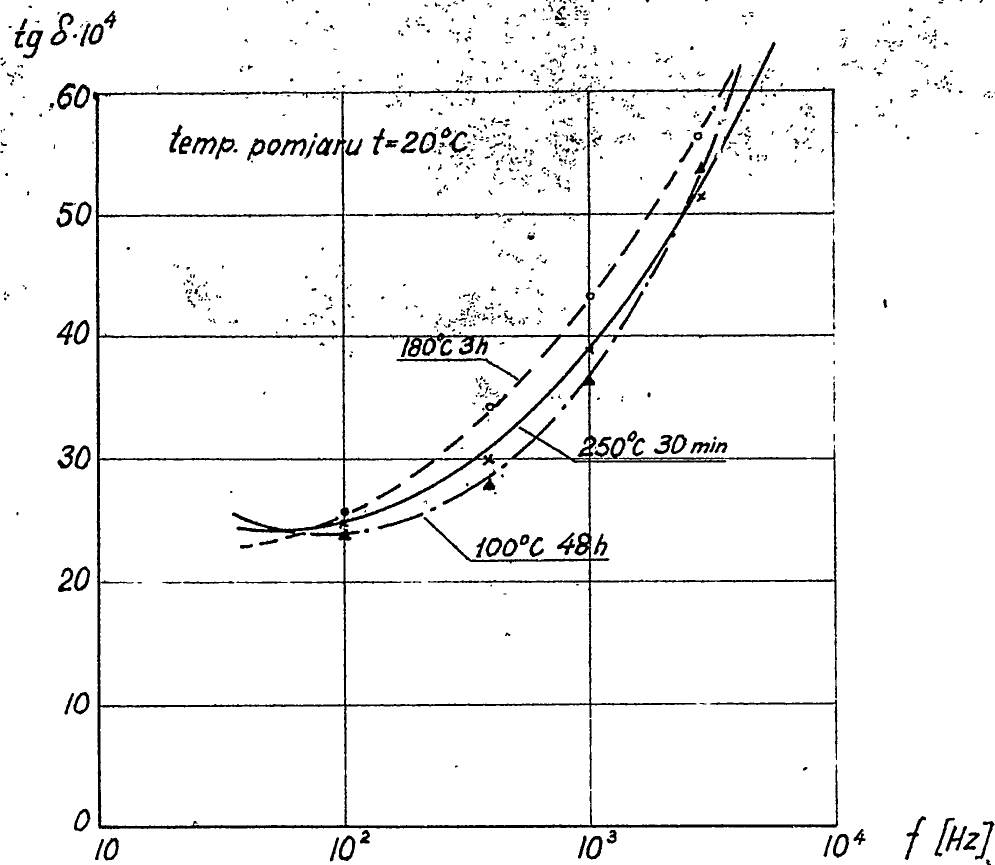
POOR ORIGINAL

Nr.7 Zależność stratności dielektr. od temp. utwardzania żywicy.

 $\text{tg } \delta \cdot 10^4$


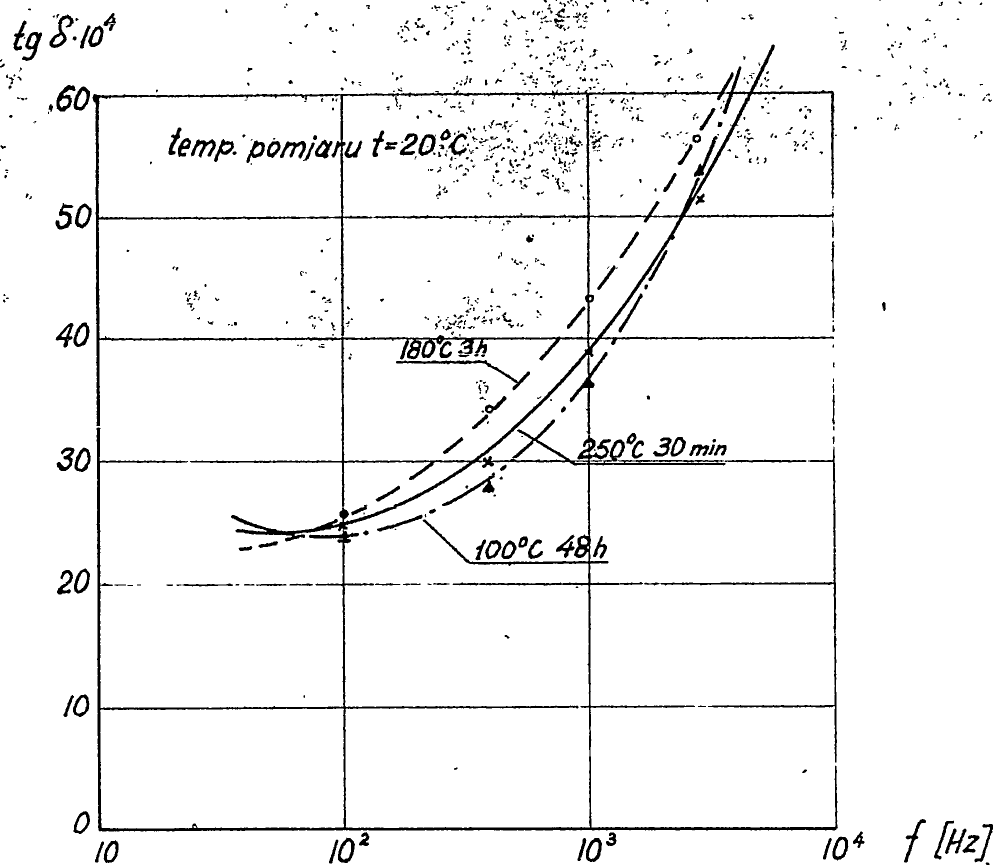
POOR ORIGINAL

Nr 8 Zmiany $\operatorname{tg} \delta$ w zależności od parametrów
utwardzania żywicy.



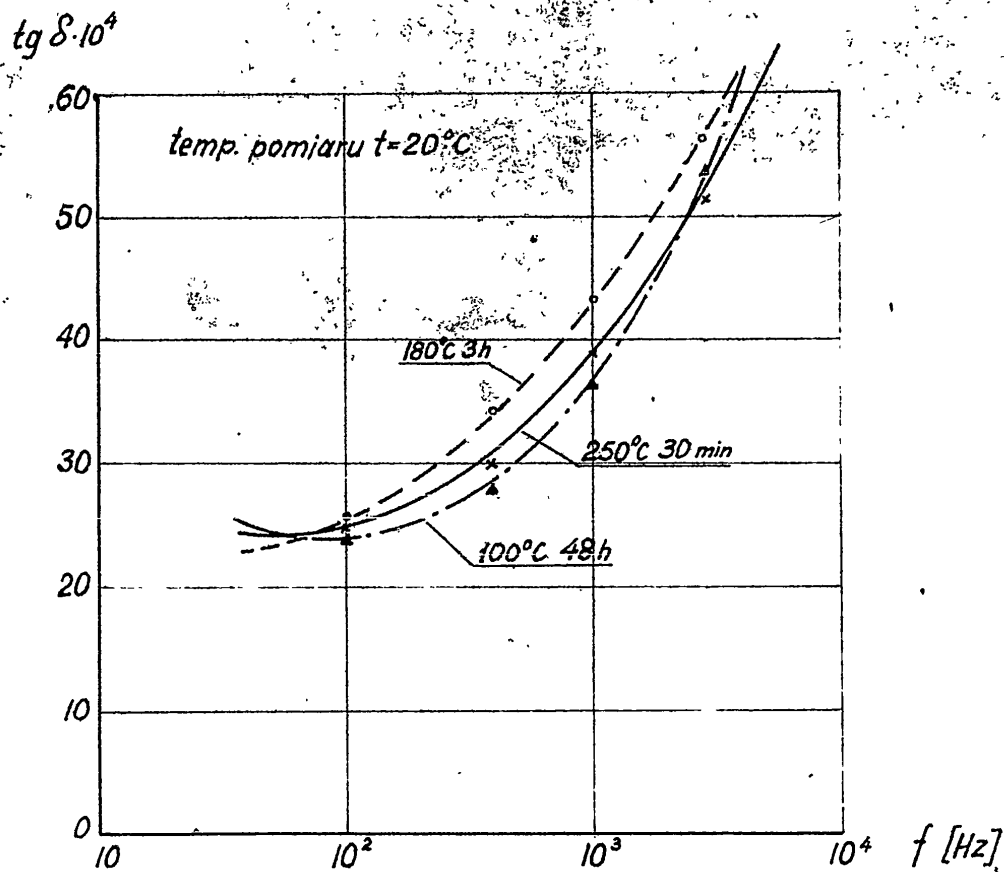
POOR ORIGINAL

Nr 8 Zmiany $\text{tg } \delta$ w zależności od parametrów utwardzania żywicy.



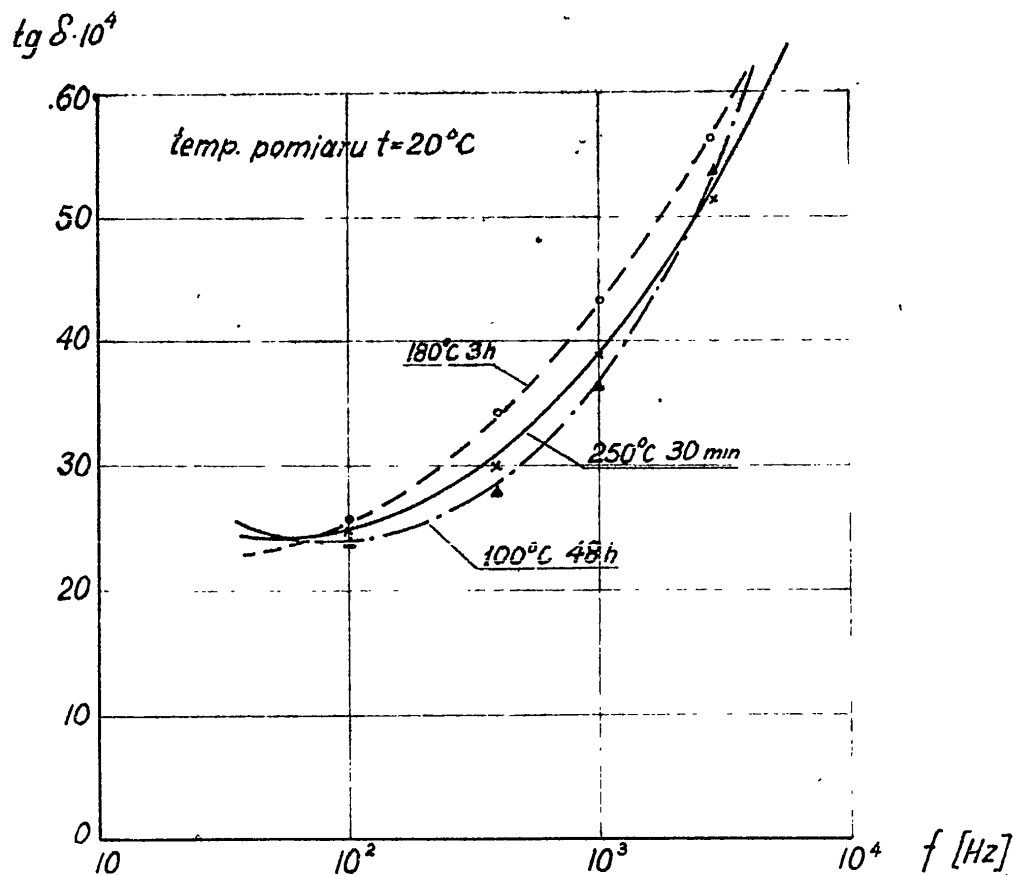
POOR ORIGINAL

Nr 8 Zmiany $\operatorname{tg} \delta$ w zależności od parametrów utwardzania żywicy.



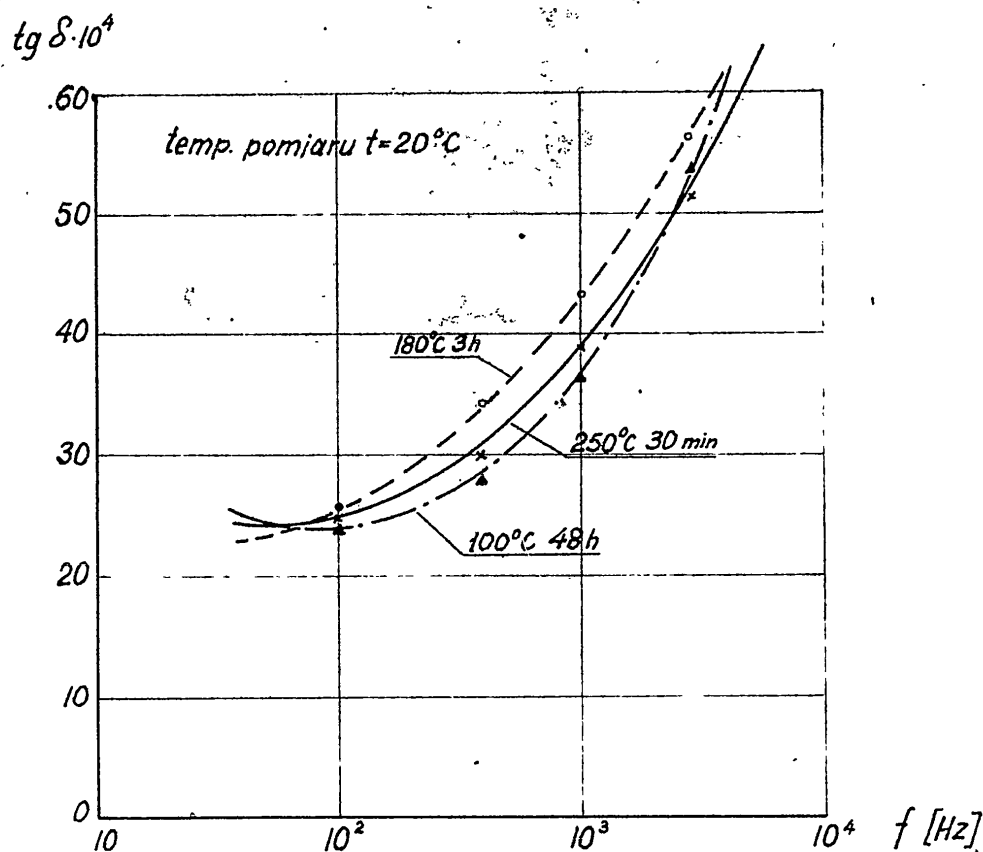
POOR ORIGINAL

Nr.8 Zmiany $\operatorname{tg} \delta$ w zależności od parametrów utwardzania żywicy.



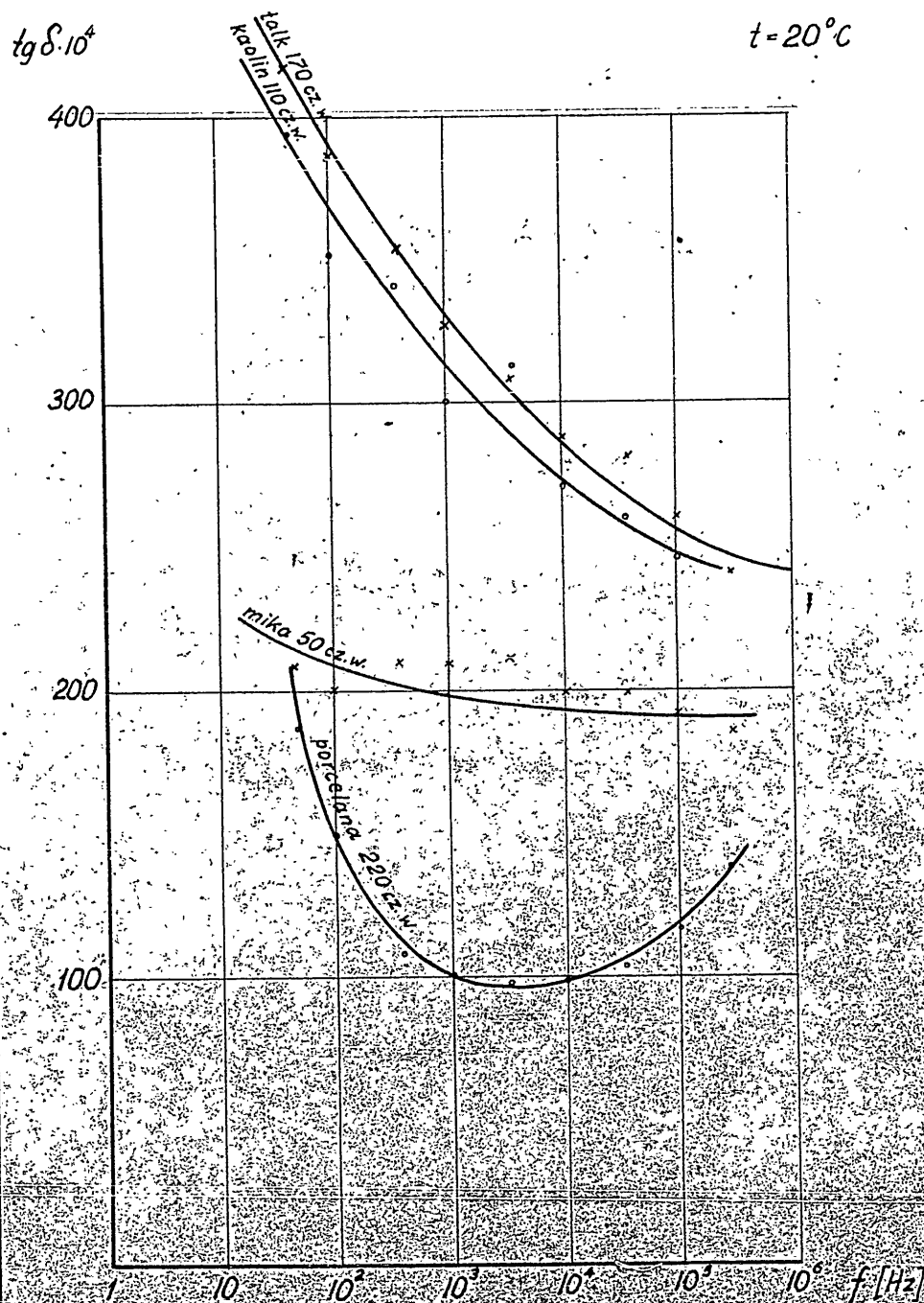
POOR ORIGINAL

Nr 8 Zmiany $\operatorname{tg} \delta$ w zależności od parametrów utwardzania żywicy.



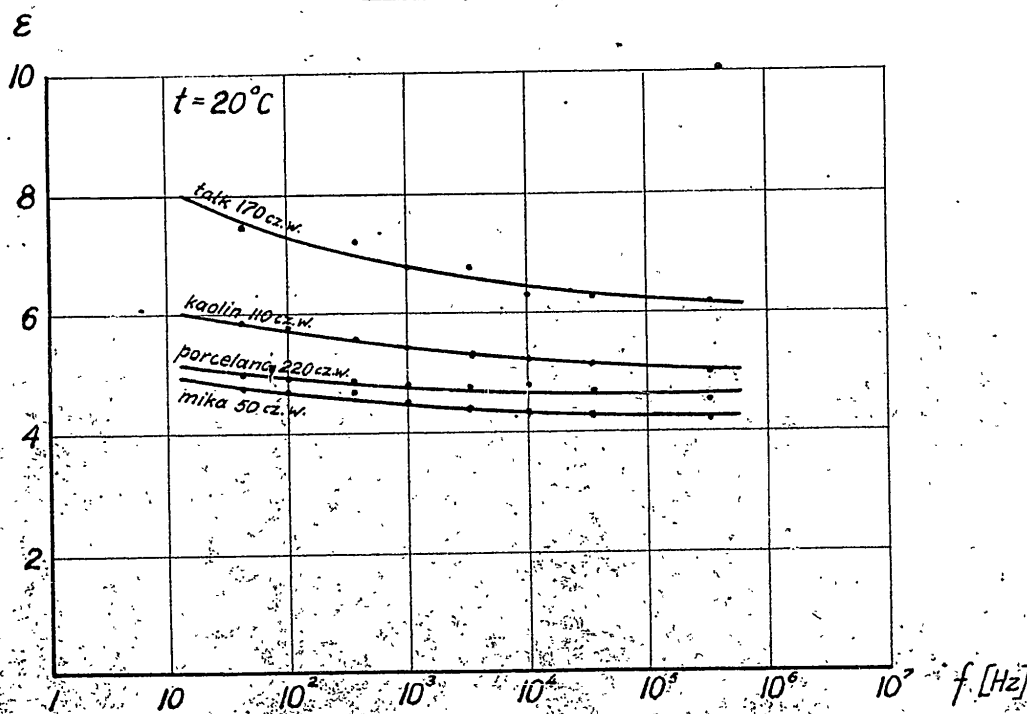
POOR ORIGINAL

Nr. 9 Zależność $\operatorname{tg} \delta$ od częstotliwości dla żywicy epoksydowej z różnymi wypełniaczami.



POOR ORIGINAL

Nr. 10 Zależność ϵ od częstotliwości dla żywicy epoksydowej
z różnymi wypełniaczami.



POOR ORIGINAL

15

21

Rumänische Volksrepublik

Ministerium für Elektroenergie und elektrotechnische Industrie
50X1-HUM

BERICHT ZUR ISOLIERSTOFFTAGUNG BERLIN, FEBR. 1957

Inhaltsverzeichnis

1. Allgemeine Angaben
2. Technologische Schemen
 - a) der Abteilung Öllacke
 - b) der Abteilung Emaillefarben
 - c) der Abteilung Bakelit
3. Typen von Lacken für Elektroisolierung, die in der Rumänischen Volksrepublik hergestellt werden:
 - a) Tränklacke
 - b) Decklacke
 - c) Isolierstoffe
4. Schlußwort

DIE HERSTELLUNG VON ELEKTROISOLIERLACKEN IN DER RUMÄNISCHEN VOLKSREPUBLIK UND IHRE CHARAKTERISTIKEN.

1. Allgemeine Angaben

Die steigenden Bedürfnisse der elektrotechnischen Industrie machten die Errichtung eines der Zeit entsprechenden Werkes für die Herstellung von Elektroisolierstoffen notwendig, das nach den modernsten Gesichtspunkten der Technik ausgerüstet werden sollte.

Durch Prüfung der dafür in unserem Lande bestehenden Möglichkeiten gelangte man zu der Feststellung, daß sie ungenügend sind. Deshalb wurde mit der Errichtung des Werkes 1951 auf der Grundlage von Projekten begonnen, die in der UdSSR ausgearbeitet wurden.

Zu den Hauptabteilungen dieses Werkes gehört die HA Elektroisolierlacke, die 1953 mit ihrer Arbeit beginnen konnte.

50X1-HUM

-2-

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBl. 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

- 2 -

Die Hauptabteilung liefert folgende Typen von Isolierstoff:

1. Elektroisolierlacke auf der Basis von Pflanzenölen, Bitumen und synthetischen Harzen;
2. synthetische Harze vom Alkydaltypus (Glyptallacke- und Harze) sowie vom Alkylolaltypus;
3. Isoliermassen;
4. Emaillierfarben;
5. Bakelit- und Carbomidharze und Lacke.

Aus technologischen Gesichtspunkten heraus ist die Hauptausrüstung für die Herstellung dieser Isolierstoffe in drei Werkräumen untergebracht: Lackkocherei, Emaillier- und Bakelitabteilungen. Jeder Abteilung entspricht ein eigenes technologisches Schema. Die gesamte Hilfsausrüstung für diese drei Abteilungen ist in folgenden allgemeinen Räumen untergebracht: Mischerabteilung, Absetzkesselabteilung, Filterabteilung.

2. Technologische Schemen

a) Beschreibung des technologischen Schemas der Herstellung von isolierenden Öllacken.

Der technologische Prozess der meisten vorgesehenen Lacksortimente besteht in der Herstellung der Lackbasis, sodann in ihrer Auflösung in entsprechenden Lösemitteln bis zur geforderten Konzentration.

Das Kochen der Lackbasen erfolgt in Lackkochkesseln.

Die Kessel sind ummantelt zwecks Erhitzung des hochsiedenden organischen Wärmeträgers (WOT) durch Dämpfe und sind mit Propellermischern ausgerüstet, die den Kesselinhalt mischen sollen. Jeder Kessel ist dazu bestimmt, eine bestimmte Gruppe der Basen und der Produkte zu kochen.

Die Kessel besitzen Anlagen zum Auffangen der sich beim Kochen absondernden Destillatbasen (Zersetzungsprodukte der Öle und Harze, Dämpfe des Phthalanhydrid).

Die fertigen Basen fließen selbsttätig aus den Kesseln in die Mischer, wo ihre Temperatur auf 150-130°C herabgesetzt wird, sodann werden sie in Lösemitteln aufgelöst.

Die Mischer erhalten Wasserummantelungen, um die erhitzten Basen abkühlen zu können, sowie Propellermischer zum Umrühren des Inhalts.

- 3 -

POOR ORIGINAL

- 3 -

Die Lösemittel gelangen in die Abteilungen durch die Rohrleitungen oder in Fässern.

Nach sorgfältigem Umrühren wird der Inhalt der Mischer in die Druckbehälter der Filtrierabteilung gepumpt und von dort in die Zentrifugen geleitet.

Die durch die Zentrifugen filtrierte Lacke fließen in Aufnahmebehälter, von wo aus sie in die Absetzkessel gepumpt werden.

In diesen Absetzbehältern reifen die Lacke etwa in 20 Tagen aus, wonach sie im Laboratorium geprüft werden.

Bei Feststellung von Mängeln werden Maßnahmen getroffen, um die technischen Bedingungen zu erfüllen.

b) Beschreibung des technologischen Schemas der Herstellung von isolierenden Emailierfarben.

Emaille wird in Kugelmøhlen hergestellt.

Die Pigmente für die Emaille gelangen vom Lager in den Raum der Emailierabteilung, wo sie laut Rezeptur in die Kugelmøhle geschüttet werden. Hier werden die Pigmente auf Glyptalöllacken (Alkydal) oder Carbalidlacken verrieben, die durch eine Rohrleitung aus der Absetzabteilung in eine Meßuhr und von dort selbsttätig in die Kugelmøhle fließen.

Nach dem Verreiben wird über die Meßuhr und durch die Rohrleitung aus dem Absetzraum Sikkativ in die Kugelmøhle gepumpt. Das Einstellen auf den jeweiligen Typus erfolgt, falls erforderlich, in der Kugelmøhle.

Die fertige Emaille wird aus der Kugelmøhle mittels Pumpe zum Filtrieren auf die Einwalzen-Farbbreiber geleitet.

Die filtrierte Emaille wird dann in die Tara gegossen.

c) Beschreibung des technologischen Schemas der Herstellung von Bakelit-Lacken und -Harzen

Für die Synthese von Bakelitharzen wurden Kessel aus rostfreiem Stahl mit Ummantelungen für Dampf und Wasser und mit Ankermischern aufgestellt.

Die Kessel sind mit Schaumfängern, Rohrkondensatoren und Kondensataufnahmebehältern versehen.

Zum Trocknen der Harze unter Vakuum sind Kolbenvakuumumpen und dazu - zum Ausgleichen des Vakuums - Sammler aufgestellt.

Zur Vermeidung von Beschädigungen an den Vakuumumpen durch eindringende Formalin- und Phenoldämpfe sind vor den Vakuumumpen Neutralisatoren aufgestellt, die mit einer Lösung von Natriumlauge gefüllt sind.

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBL 140 v. 2. 10. 1952, S. 982).

POOR ORIGINAL

- 4 -

Die hauptsächlichen Ausgangsstoffe - Formalin, Phenollösung, Kresol, Ammoniakwasser - werden vom Lager über die Rohrleitungen mittels Druckluft in die Aufnahmebehälter befördert.

Die Verteilung der Phenol-, Kresol- und Formalinlösungen aus den Aufnahmebehältern in die Kessel wird mit Hilfe der Bunkerwaage vorgenommen. Ammoniak wird infolge seiner Ausdehnung unmittelbar aus dem Aufnahmebehälter zugeleitet.

In Anbetracht der geringen Menge des im Reaktor unterzubringen- den Anilins und der daraus hergestellten Anilin-Formaldehydharze, wird das Anilin wie das Carbolid für Carbolidharze von Hand zugeführt.

Das Schmelzen des Phenols erfolgt in der Zubereitungsabteilung des Rohstofflagers. Geschmolzen wird mit direktem Dampf. Die Synthese der Harze im Kessel geschieht nach technologischen Arbeitsverfahren, die für jede Harzart ausgearbeitet sind.

Das aufgegebene Temperaturregime wird mittels der Dampf- und Wasserummantelung innegehalten, in die je nach Bedarf entweder Wasserdampf zum Erwärmen oder Kaltwasser zum Abkühlen des Kesselinhaltes gelassen werden kann.

Einige Harze kommen nach der Synthese zum Trocknen unter Vakuum. Ein Teil der Harze wird in Äthylspiritus gelöst, andere werden in Blechformen gegossen.

3. Haupttypen von Elektroisolierlacken in der Rumänischen Volksrepublik,

Die Fabrik "Elektro-Isolantul" konnte bis jetzt die Bedürfnisse der Volkswirtschaft an Isolierlacken sowohl mengen- als auch qualitätsmäßig befriedigen.

Unten folgt eine kurze Charakteristik der Haupttypen von Isolierlacken und -massen, klassifiziert nach Anwendungsart:

Tränklacke, Decklacke, Isoliermassen.

a) Tränklacke

Schwarzer Lack C 41 (447) ist ein Oleobitumenlack mit hohen Isoliereigenschaften und mit erhöhter Widerstandsfähigkeit gegen die zerstörende Wirkung des Wassers, der Feuchtigkeit, der Lösungen, Säuren usw.

Er besteht aus: Leinöl, Tungööl, Bitumen, Sikkativ, als Löser wurden angenommen: Wite-Spiritus und Terpentin.

-5-

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBL 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

- 5 -

Zur Vermeidung von Beschädigungen des Lacküberzuges wird das Öl einer speziellen Bearbeitung unterworfen.

Dieser Lack bildet ein elastisches glänzendes Häutchen von großer Festigkeit gegen mechanische Einwirkungen, denen die Wicklungen ausgesetzt sind.

Um eine maximale Festigkeit zu erhalten, muß der Lack bei Temperaturen von 100 bis 120°C getrocknet werden.

Der Lack C 41 (447) empfiehlt sich zum Tränken aller Wicklungen, die mit porösen Stoffen wie Baumwolle, Seide, Papier usw. isoliert sind.

Schwarzer Lack C 42 (458) ist ein schnell trocknender Tränklack, der ein sehr glänzendes Häutchen bildet.

Er setzt sich aus den gleichen Bestandteilen zusammen wie der Lack C 41 (447), jedoch in einem anderen Verhältnis.

Trotz des großen Prozentsatzes seines Gehaltes an Ölen, die zu einer sehr langsamen Reife führen, ist dieser Lack weniger elastisch als der Lack C 41 (447), gleichzeitig aber verfügt er fast über die gleiche Widerstandsfähigkeit gegen chemische Einwirkungen und über gleiche dielektrische Eigenschaften.

Der Lack C 42 (458) findet Verwendung zum Tränken von Stator-, Rotor-, Ankerwicklungen und von Spulen zum Erregen von elektrischen Maschinen und Apparaten, die nicht mit Öl arbeiten.

Das Trocknen erfolgt bei Temperaturen von 130°C; es dauert bei Wicklungen kleiner und mittlerer Statoren und Rotoren 4 bis 10 Stunden.

Schwarzer Lack C 43 (460) ist ein Oleobitumen-Lack, der langsam im Ofen trocknet und zur endgültigen Tränkung als Auftrag auf Lack C 42 (458) gebraucht wird.

Seine Eigenschaften sind: Elastizität, Wärmebeständigkeit und geringe Hygroskopizität. Der Lack C 43 (460) empfiehlt sich zum Tränken der Wicklungen von Rotoren, Statoren, Ankern, elektrischen Maschinen und allen Teilen, die nicht mit Öl arbeiten, insbesondere von Zugmaschinenteilen.

Das Trocknen erfolgt bei Temperaturen bis zu 130°C.

Heller Lack C 51 (1154) ist ein Oleoglyptallack mit hoher isolierender Eigenschaft, der nach dem Trocknen ein durchsichtiges elastisches Häutchen bildet, das widerstandsfähig ist gegen Feuchtigkeit, Säurelösungen und erhitztes Transformatorenöl. Dieser Lack muß bei Temperaturen von 100 bis 120°C trocknen. Das kann auch bei höherer Temperatur geschehen, verschlechtert jedoch die Färbung und die Elastizität. Die Färbung fällt desto geringer aus, je höher die Trocknungstemperatur ist.

-6-

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBI. 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

- 6 -

B a k e l i t l a c k C 11 (If) wird in geringen Mengen in einigen Werkstätten zum Tränken der Spulenwicklungen von elektrischen Maschinen verwertet.

Das nach dem Trocknen erhaltene Häutchen ist fest, blank und widerstandsfähig gegen Öle, Säuren und atmosphärische Einwirkungen, jedoch wenig elastisch und empfindlich gegen Temperaturschwankungen.

C 11 (If)-Lack findet Verwendung zum Tränken der Wicklungen von Öltransformatoren, zum Isolieren der Metallteile von elektrischen Maschinen und Apparaten und auch auf anderen Gebieten, wo ein Häutchen gebraucht wird, das über die vorstehend gekennzeichneten Charakteristiken verfügt.

b) Decklacke

S t a h l b l e c h l a c k O 21 (202) auf Leinölbasis dient zum Isolieren der Stahlbleche von Dynamomaschinen und Transformatoren.

C 21 (202)-Lack bildet nach entsprechender Trocknung ein sich gut anschmiegendes, einheitliches und elastisches Häutchen, das über gute dielektrische Eigenschaften verfügt. Die Lackschicht von 0,008 - 0,010 mm trocknet innerhalb von 4 Minuten bei 220 - 250°C. Empfehlenswert ist eine Trocknungstemperatur von 350 - 400°C. Eine gut hergestellte Lackhaut wird unter einem Druck von 7 kg/cm² bei 100°C weniger als um 0,5 % zusammengepreßt, ohne seine Isoliereigenschaften wesentlich zu verändern. Der Lack verändert seine Färbung je nach Häutchendicke und Trocknungstemperatur von hellgelb bis braun.

Ein oxydiertes Lackhäutchen ist widerstandsfähig gegen erhitzte Mineralöle und wird nicht von Dämpfen oder Lösungen schwacher Säuren oder Laugen zersetzt.

Der L a c k C 54 (462) ist ein deckender Oleobitumenlack, der an der Luft schnell trocknet und im Vergleich zu anderen Oleobitumenlacken über große Festigkeit verfügt. Er bildet ein blankes elastisches, säure- und nässefestes Häutchen. Bei Berührung mit erhitztem Transformatorenöl wird er weich.

Der L a c k AA 61 (SWD) ist eine Oleoglyptal-Emaillifarbe, die an der Luft trocknet. Dünnschichtig aufgetragen verleiht er dem Träger Widerstandsfähigkeit gegen atmosphärische, mechanische, Mineralöl- und Lichtbogeneinwirkungen.

Er dient als Decklack für rotierende und unbewegliche Teile und Wicklungen nach dem Tränken.

- 7 -

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Vollzeigentums geschützt (GBl. 140 v. 2.10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

- 7 -

L a c k CA 62 (SPD) ist eine graue Oleoglyptal-Emaillfarbe, die ein dichtes Häutchen bildet. Er ist speziell für Spulenumwicklungen von Statoren bestimmt und besitzt gute dielektrische Eigenschaften. Er wird vorzüglich auf erwärmte Wicklungen mit dem Pinsel oder dem Farbenzerstäuber aufgetragen. Die Verwendung des CA 62 (SPD)-Lackes für Metallflächen macht deren vorherige Grundierung mit Mennige oder anderen Deckmitteln überflüssig.

L a c k AA 63 (KWD) ist eine rote Oleoglyptal- und Emaillfarbe, die an der Luft trocknet. Er ist ein Decklack, der fest an Metallflächen haftet und dessen Häutchen widerstandsfähig gegen die Wirkung des elektrischen Lichtbogens ist.

E m a i l l e l a c k Nr. 1 hat einen hellen Farbton ohne Pigmente und wird auf der Basis von polymerisierten Sikkativölen, Albertolharzen und Sikkativen hergestellt. Er dient als Decklack für Drähte unter 0,4 mm Ø. Sein Häutchen ist blank, leicht anhaftend, elastisch und widerstandsfähig gegen Transformatoröl. Die Elektrizitätsfestigkeit = minimum 30 kV/mm.

E m a i l l e l a c k Nr. 2 ohne Pigmente wird auf der Basis von polymerisierten Sikkativölen, synthetischen Harzen und Sikkativen hergestellt. Er dient als Decklack für Drähte über 0,4 mm Ø. Sein Häutchen ist glatt, blank (blitzend) und gut dielektrisch. Die Trocknung erfolgt im Ofen.

L a c k AA 23, hergestellt auf der Basis von Glyptal- und Bakelitharzen, ist ein Isolierlack, der speziell zur Bearbeitung von Wicklungen bestimmt ist, die großen mechanischen Belastungen und der Zentrifugalkraft (Fliehkraft) ausgesetzt sind; der zum Abdecken der Wicklungsenden von Maschinen dient, die in der Seeschifffahrt arbeiten. Er ist sehr deckfähig. Seine Elastizität erreicht nicht die der Öllacke, übertrifft jedoch die der Bakelitlacke. Die dielektrischen Eigenschaften des Lacks sind ausgezeichnet.

AA 23-Lack hat noch den Vorzug, daß er im Innern sehr schwerer Spulen völlig austrocknet. Das Trocknen erfolgt bei 110-120°C. Bei niedriger Temperatur trocknet der Lack nicht. Die dielektrische Festigkeit ist minimal 60 kV/mm.

- 8 -

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBl. 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

- 8 -

c) Isoliermassen

K o m p o u n d 225 und 225 R. Diese Compoundmassen werden auf der Basis von Bitumen, Kolophonium und Leinöl hergestellt, folglich sind sie thermoplastisch und widerstehen nicht der Einwirkung von Ölen. Sie finden viel Verwendung in Konstruktionen von elektrischen Maschinen als Füllstoffe und als Härtungsmittel für Isolierungen.

Für solche Zwecke werden sie durch Erhöhung der Temperatur aufgeweicht und in heißem Zustande eingefüllt. Dieses Verfahren weist jedoch drei Hauptmängel auf, und zwar:

- 1.) Die Hitze des geschmolzenen Komounds ($150 - 200^{\circ}\text{C}$) ist für einige elektrische Apparate kaum erträglich;
- 2.) die Masse hat das Bestreben zu erstarren, bevor sie die deckende Schicht erreicht;
- 3.) das Zusammenschrumpfen der Masse beim Erstarren (Erkalten) führt zur Bildung von Hohlräumen, die zusätzlich ausgefüllt werden müssen.

Andererseits sind diese Compoundmassen thermoplastisch, d.h. sie werden weich oder sehr dünnflüssig, sobald die Arbeitstemperatur ihren Schmelzpunkt erreicht. Das schließt ihre Verwendung in Apparaten mit hoher Arbeitstemperatur aus. Aus diesen Gründen sind wir der Ansicht, daß man zu Komponden mit Kaltguß übergehen müßte.

G e l b e I s o l i e r m a s s e (MTG) wird auf der Basis von Kolophonium und Mineralöl hergestellt. Der Schmelzpunkt ist $130 - 140^{\circ}\text{C}$ und die dielektrische Festigkeit 120 kV/cm . Dient zum Abdichten von Muffen und Kabelendbüchsen.

G e l b e I s o l i e r m a s s e (MTN) wird auf der Basis von Bitumen und Leinöl hergestellt. Der Schmelzpunkt ist $160 - 180^{\circ}\text{C}$ und die dielektrische Festigkeit 120 kV/cm . MTN dient zum Füllen von Sicherungsmuffen bzw. Bleimuffen, die im Boden auf dem Niveau des frierenden Grundwassers verlegt werden, sowie von Anschluß- und Abzweigmuffen (Dosen) von Erdkabeln, dgl. für Endbüchsen (Enddosen) in kalten Räumen (bis 10 kV).

Z ä h e I s o l i e r m a s s e (MTS)
Sie wird auf der Basis von Kolophonium, Mineralöl und Ozokerit hergestellt. Der Schmelzpunkt ist $100 - 110^{\circ}\text{C}$ und die dielektrische Festigkeit 120 kV/cm .
Sie dient zum Füllen von Kabelmuffen und Enddosen.

-9-

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBL 140 v. 2. 10. 1952, S. 992)

POOR ORIGINAL

- 9 -

4. Schlußfolgerungen

Aus der Darstellung ist zu ersehen, daß die Produktion dank der starken Mechanisierung der Lackabteilung reichhaltig und ergiebig ist, und aus dem Umstande, daß dem Werk das ZENTRAL-LABORATORIUM für Prüfungen und wissenschaftliche Forschungen zur Verfügung steht, folgt :

- a) Das Werk ist eine Basis für die Ausbildung von technischen Kadern und für die Lösung allgemeiner wissenschaftlicher Probleme.
- b) Das Zentrallaboratorium kann Forschungen durchführen, die mit den grundlegenden Produktionsprozessen verbunden sind, mit dem Ziele, die vorhandene Technologie zu verbessern, als Basis für die Schaffung von neuen Isolierstofftypen zu dienen, vorhandene Mängel festzustellen und zu beseitigen, um Ausschuß und Abfälle zu vermindern, die Qualität der Produktion zu verbessern usw.
Das Zentrallaboratorium besteht aus: 1) dem chemischen Labor, 2) elektrophysikalischen Labor, 3) technologischen Labor, den Anlagen zur Durchführung von Versuchsreihen und zur Herstellung von Versuchsmustern für synthetische Harze, Lacke, Plaste usw.
- c) Die Lackabteilung des Werkes "Elektro-Isolantul" wird in Kürze in der Lage sein, die elektrotechnische Industrie mit allen Typen von Elektroisolierlacken und synthetischen Harzen qualitativ und mengenmäßig zu versorgen und Elektroisolierstoffe - dank der Kapazität des Werkes - für den Export bereitzustellen.

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBL 140 v. 2. 10. 1952, §. 982)

POOR ORIGINAL

16
Volksrepublik Rumänien

50X1-HUM 22

Ministerium für Elektroenergie und
Elektrotechnische Industrie

Referat

Die Qualität des rumänischen Glimmers
und die Erzeugnisse, die aus Glimmer
hergestellt werden

50X1-HUM

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBI-140), 2.10.1952, S. 902.

POOR ORIGINALInhaltsangabe

	S.
1. Allgemeine Angaben	2
2. Merkmale des Glimmers.	
I. Mineralogisch-chemische Eigenschaften	3
II. Physikalische Eigenschaften.	5
III. Thermische Eigenschaften.	5
IV. Elektrische Eigenschaften.	6
3. Die Herstellung von Glimmerezeugnissen in der Rumänischen Volksrepublik	11
4. Schluss.	16

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBI. 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-2-

Die Qualität des rumänischen Glimmers und die Erzeugnisse, die aus Glimmer hergestellt werden

In der Rumänischen Volksrepublik finden sich folgende Abarten des Glimmer :

- Muskovit
- Biotit
- Phlogopit

Die grössten Vorkommen an Glimmer enthalten zugleich den Glimmer Biotit und Muskovit. Der Glimmer Phlogonit wurde unlängst in unbedeutenden Mengen gefunden

In der Rumänischen Volksrepublik befindet sich Glimmer an drei verschiedenen Stellen:

a) Bresoj, am Oberlauf des Flusses Lotra mit der Bearbeitung in den Katarakten, Tank- U und Padina.

b) Bojslowa-Boucar-Bukowa mit der Bearbeitung in Kryshma Tylwa, Boucar und Bukowa

c) Tyrgul-Lepusch mit der Bearbeitung in Gundji, Runkuscho und Kopalnik.

Der Glimmer tritt auch in Gestalt des Pegmatits mit 5-10 kg Glimmer/m³ Pegmatit.

Die festgestellten Vorräte an Glimmer betragen 8500 to.

Glimmer wird sowohl an der Oberfläche als in der Tiefe gewonnen und wird an der Ausfahrt der Gruben bei Trennung von Stirol sortiert.

Das unbearbeitete Glimmererz wird nach der Sortierung in die Werkstätten gebracht, wo es als Schichtglimmer, Blockglimmer, in Flocken- und Pulverglimmer verarbeitet wird.

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBI. 140, v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-5-

Bei der Bearbeitung des Glimmers entsteht:

-Schichtglimmer mit einer Oberfläche von

400-6500 m²

2,95%

-Blockglimmer mit einer Oberfläche von 400-22500 m²

2,11%

-Staub- und Flockenglimmer

90%

Der Schichtglimmer und Blockglimmer wird ausschliesslich in der elektrotechnischen Industrie angewandt.

Staubglimmer findet bei der Herstellung von Schweiss-elektroden und in der Kautschukindustrie Verwendung und der Flockenglimmer in der Ölindustrie.

2. Die Merkmale des Glimmers Muskovit

I. Mineralogisch-chemische Eigenschaften

Der Schichtglimmer besitzt Flecken von Magnetit, Biotit, Chematit und Limonit, sowie Gasbestandteile.

In der mikroskopischen Analyse zeigen die Schichten Transparenzen, sogar bei einer Stärke von 0,5 mm und andere aber sind fast undurchsichtig wegen Spalten und eingeschlossenen Bestandteilen. Einige Schichten haben eingeschlossene Biotitfolien, besonders an den Rändern.

Grosse Mengen von Folien weisen in grossen Ausmassen tiefe Einschnitte auf, die aus der Pressung zu erklären sind, der der Glimmer nach der Kristallisierung ausgesetzt war.

a) Die chemische Analyse des Glimmers Muskovit

Die chemische Analyse des Glimmers aus Wojasowa

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBL 1401, 2. 10. 1952, S. 982)

KWO 5. 6. 3. A. 1

POOR ORIGINAL

-4-4

Oxydbestand in %	Minimum	Maximum
Röhm. Glimmer	4,98	6,08
SO ₂	44,91	45,65
Al ₂ O ₃	35,33	35,70
Fe ₂ O ₃	1,99	8,21
TiO ₂	fehlt	Spuren
CaO	0,14	0,36
MgO	0,44	0,61
K ₂ O	10,09	11,28
Na ₂ O	0,37	1,84

b) Mineralogische Analyse des Glimmers aus Wolslow

Glimmer	86,4%
Natriumfeldspat	9,04%
Fe ₂ O ₃	3,21%
CaO	0,14%
MgO	0,44%
Organische Bestandteile	1,30%

insgesamt 100,37

Die Analysen zeigen den Glimmer Muskovit in chemisch reinem Bestand. Der Anteil an Eisen ist geringer als bei Glimmer aus Importen, den wir analysiert haben.

Im Vergleich zu den Angaben der Literatur ist der Anteil an Fe₂O₃ nicht erhöht.

Als Ursache für die Färbung des Glimmers müssen mineralische Farbbestandteile angesehen werden, wie Eisenoxyd, Titan und Mangan je nach der Menge ihrer Vertretung.

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBL 140, v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-5-

Eisenoxyd bewirkt eine gelbgrüne Färbung, die man in dem Schichtglimmer feststellt.

Das Vorhandensein von Eisenoxiden im Glimmer aus Wojslowa wurde in thermologischer und mikroskopischer Analyse geprüft und festgestellt.

II. Physikalische Eigenschaften

a) Das spezifische Gewicht

Das spezifische Gewicht ist mit Piknometer festgestellt worden und beträgt zwischen 2,30- 2,78 g/cm³.

b) die chemische Festigkeit

Die Glimmerplatten, die im Laufe von 3 Stunden mit O₄H₂ 30% bearbeitet wurden, erhalten ihr äusseres Bild, verlieren aber 0,9-2,3%, im Mittel 1,6% Gewicht.

c) Die Wasseraufnahme

Legt man den Glimmer in destilliertes Wasser, so beträgt die Aufnahme von Wasser nach 48 Stunden zwischen 4-6 %, im Mittel 5%.

III. Thermische Eigenschaften

a) Die Veränderung der äusseren Gestalt bei Erhitzung

Der Charakter der Veränderung der äusseren Gestalt des Glimmers Wojslowa bei Erhitzung, ist an Mustern mit einem Ausmass von 40 x 15 mm festgestellt worden, hergestellt bei einer Temperatur von 500- 950° C, in Stufen von 100 und 50°. Die Probezeit betrug 30 Minuten.

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBI. 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-6-

Bis 500° zeigt sich keine Veränderung. Gewichtsverlust und Anzeichen von Blasenbildung setzen bei 600° C ein.

Bei einer Temperatur von 600° bemerkt man zugleich das Auftreten von bunten Flecken.

Veränderungen der äusseren Gestalt bei Erhitzung:

- 500° k e i n e Veränderung
- 600° Matte Punkte, Eisenflecke, leichte Ablagerungen
- 700° Matte Eisenflecke mit hellen Teilen
- 800° Völlig matt, die Schichten bekommen eine geringere mechanische Festigkeit, gelblicher Glanz, die Eisenflecken erhalten sich weiterhin
- 900° völlig matt, brüchig
- 1300° gelbliche Masse

b) Veränderungen der Glimmerschichten bei Erhitzung

Unter dem Einfluss der thermischen Bearbeitung ~~war~~ an Schicht Durchsichtigkeit und Farbeit von Mustern in Tellerform mit einem Durchmesser von 16 mm (Oberfläche = 2 cm²) und einer Stärke von 0,02-0,25, einer thermischen Bearbeitung von Temperaturen zwischen 500-950°C und einer Dauer von 30 Minuten und der Abkühlung unterworfen, treten folgende Veränderungen der Glimmerschicht

in Abhängigkeit von der Temperatur in % auf:

Bei 20°	500°	600°	700°	800°	900°
100%	keine Veränderung	130-140	160-180	160-180	160-180

Bei Vergrößerung der Blasen des Glimmers verliert dieser seine Durchsichtigkeit. Bei 900° ist ein metallischer Glanz zu beobachten.

c) Erhitzungsbeständigkeit

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBL 140, v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-7-

Das auf 1300° erhitzte Glimmer wird brüchig.

Auf einer Temperatur von 750° erhitzt und dann plötzlich abgekühlter Glimmer platzt nicht.

IV. Elektrische Eigenschaften

a) Der spezifische Umfangswiderstand

Unter den Bedingungen normaler Feuchtigkeit beträgt der spezifische Umfangswiderstand:

Nr	Glimmerart	Ω cm
1	Wojslowaglimmer	$1,38-3,2 \cdot 10^{14}$
2	Bresojglimmer	$2,8-3,91 \cdot 10^{14}$
3	Bistricaglimmer	$1,06-8,10 \cdot 10^{14}$

Der spezifische Umfangswiderstand des Glimmers, der mit Äthylalkohol bearbeitet und auf eine Temperatur von 200°C erhitzt wurde, beträgt:

Nr.	Glimmerart	Widerstandsfähigkeit Ω cm
1	Wojslowaglimmer	$0,85-1,70 \cdot 10^{13}$
2	Bresojglimmer	$1,12-1,86 \cdot 10^{13}$
3	Bistricaglimmer	$1,55-1,94 \cdot 10^{13}$

Der spezifische Umfangswiderstand des Glimmers, der thermisch 30 Minuten lang bei verschiedenen Temperaturen von $520-800^{\circ}$ bearbeitet wurde, beträgt:

Nr	Glimmerart	Temperatur	Umfangswiderstand Ω cm
1	Wojslowaglimmer	520°	$0,28-2,58 \cdot 10^{13}$
2	Wojslowaglimmer	600°	$0,49-8,6 \cdot 10^{13}$

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBL 140, 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-8-

3	Wojslowaglimmer	300°	0,26-4,3.10 ¹³
4	Wojslowaglimmer	800°	0,016-0,45.10 ¹³

Schlussfolgerungen:

- 1) Die Grösse ist in allen Fällen aus der Ordnung von 10^{13} - $10^{14} \Omega \text{cm}$.
- 2) Die thermische Bearbeitung hat auf diese Grösse bis zu einer Temperatur von mindestens 600° keinen Einfluss. Diese Temperatur fällt zusammen mit dem Beginn der Wasseraussonderung, was eine Verminderung des Widerstandes hervorruft.

b) spezifischer Oberflächenwiderstand

Der spezifische Oberflächenwiderstand unter Temperaturbedingungen bei normaler Feuchtigkeit.

Nr. Glimmerart spez. Oberfl. widerst.

1	Wojslowaglimmer	4,19-6,70.10 ¹¹
2	Bresojglimmer	3,35-5,15.10 ¹¹
3	Bistricaglimmer	1,28-1,40.10 ¹¹

Spezifischer Oberflächenwiderstand des Glimmers, der mit Äthylalkohol und bei einer Temperatur von 200° bearbeitet wurde:

Nr. Glimmerart Spez. Oberfl. widerst.

1	Wojslowaglimmer	20,8.10 ¹¹ -30,8.10 ¹¹
2	Bresojglimmer	15,4.10 ¹¹ -30,8.10 ¹¹
3	Bistricaglimmer	15,8.10 ¹¹ -15,4.10 ¹¹

Spezifischer Oberflächenwiderstand des Glimmers bei thermischer Bearbeitung von 30 Minuten, bei verschiedenen Temperaturen von 520-800°

Nr. Glimmerart Temperatur spez. Oberfl. widerst Ω

1	Wojslowaglimmer	520°	1,52-3,16.10 ¹¹
2	Wojslowaglimmer	600°	1,14-2,94.10 ¹¹

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBL 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-9-

- 3 Wojslowaglimmer 700° 1,2-2,05.10¹¹
 4 Wojslowaglimmer 800° 0,42-1,42.10¹¹

Schlussfolgerungen:

- 1) Die Grösse liegt unter allen Bedingungen in der Ordnung 10¹¹Ω.
2. Die thermische Bearbeitung hat keinen Einfluss auf den spezifischen Oberflächenwiderstand.
- 3) Die anderen Bestandteile beeinflussen nicht die Leitfähigkeit des Glimmers.

c) Die Festigkeit bei elektrischer Klammer

Die Festigkeit bei elektrischer Klammer im Transformatorenfett unter normalen Bedingungen ohne jedwede chemische oder thermische Bearbeitung:

Minimum 110 KW/mm
 Mittel 150 KW/mm
 Maximum 260 KW/mm

Die Festigkeit bei elektrischer Klammer des thermisch bearbeiteten Glimmers bei verschiedenen Temperaturen von 520-800°

Temperatur der Erhitzung in °C	Spannung auf der Klammer in Transformatorenfett KW/mm		
	Minimum	Mittel	Maximum
520°	95	115	240
600°	90	110	240
700°	90	115	240

Schlussfolgerungen:

- 1) Die Festigkeit bei elektrischer Klammer des rumänischen Glimmers ist ausreichend hoch durch die Grösse von 110 KW/mm bei einem Minimum von 90 KW/mm und Maximum von 260 KW/mm ausgewiesen. Die Durchschnittsgrösse beträgt 150 KW/mm.

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBL 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-10-

2) Nach der thermischen Bearbeitung verändert sich die Festigkeit des Glimmers auf elektrische Klammer praktisch nicht.

d) Der Koeffizient der dielektrischen Verluste
und die dielektrische Konstante

	Koeffizient der dielektr. Verluste bei 460.10^3 Hz	$1.7.10^6$ Hz	Dielektrische Konstante bei 460.10^3 Hz
Minimum	$15.6.10^{-4}$	$16.8.10^{-4}$	5,6
Mittel	$22.8.10^{-4}$	$25.2.10^{-4}$	5,9
Maximum	$103.6.10^{-4}$	$125.3.10^{-4}$	7,7

Für einige Muster ist die Grösse des Koeffizienten der dielektrischen Verluste gross.

Der Koeffizient der dielektrischen Verluste des Glimmers unter verschiedenen Temperaturen von $520-800^\circ$ bearbeitet

Temperatur	Koeffizient der dielektrischen Verluste bei 460.10^3 Hz
Minimum 520°	$48.0.10^{-4}$
Mittel 520°	$59.0.10^{-4}$
Maximum 520°	$136.0.10^{-4}$
Minimum 600°	$61.0.10^{-4}$
Mittel 600°	$95.0.10^{-4}$
Maximum 600°	$142.0.10^{-4}$
Minimum 700°	$53.0.10^{-4}$
Mittel 700°	$101.0.10^{-4}$
Maximum 700°	$150.0.10^{-4}$

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBl. 140 v. 2. 10. 1952, S. 992)

POOR ORIGINAL

-11-

Minimum 800°	184,0.10 ⁻⁴
Mittel 800°	268,0.10 ⁻⁴
Maximum 800°	345,0.10 ⁻⁴

Nach der thermischen Bearbeitung bei 600° beginnt der Glimmer seine dielektrischen Eigenschaften zu verlieren. Der Tangenswinkel der dielektrischen Verluste steigt.

Schlussfolgerungen:

- 1) Der Tangenswinkel der dielektrischen Verluste beträgt im Durchschnitt $22,8 \cdot 10^{-4}$ bei $460 \cdot 10^3$ Hz und $25,2 \cdot 10^{-4}$ bei $1,7 \cdot 10^6$ Hz.
- 2) Luftbestandteile rufen einen starken Anstieg der Verluste hervor bei $103 \cdot 10^{-4}$ und $460 \cdot 10^3$ Hz und $125 \cdot 10^{-4}$ und $1,7 \cdot 10^6$ Hz.
- 3) Nach der thermischen Bearbeitung bei 600°C beginnt der Glimmer seine dielektrischen Eigenschaften zu verlieren, die Durchschnittsgrösse des Koeffizienten der dielektrischen Verluste erreicht $95,0 \cdot 10^{-4}$ bei $460 \cdot 10^3$ Hz.

3. Die Herstellung von Glimmererzeugnissen in der Rumänischen Volksrepublik

In der Rumänischen Volksrepublik werden folgende Haupttypen von Glimmerprodukten hergestellt:

Kollektorenmikanit

Mikanit für Kabel

Formmikanit

Elastisches Mikanit

Mikalent

Mikafolium

Fassonprodukte aus Formmikanit (Konusse und Kollektorenzylinder).

In der Zukunft ist neben den obengenannten Produkten die Herstellung von Mikaniten zur Erhitzung und Mikalex vorgesehen.

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBI. 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-12-

Die vollständige Kapazität des neuen Werkes beträgt hinsichtlich der Glimmerprodukte 300 to pro Jahr.

Die technischen Merkmale dieser Produkte sind von den staatlichen Stellen festgelegt.

Kurze Beschreibung der technologischen Prozesse

1) Feste, gepresste Mikanite (Kollektor, Kabel, Formungen)

Feste gepresste Mikanite werden in der Turmmethode hergestellt.

Der Schichtglimmer wird einer Kontrolle unterworfen, damit der feuchte Glimmer und Verschmutzungen durch Auslesen und Sortieren festgestellt werden können.

Der sortierte Glimmer, mit Glyphtalharz vermischt, wird fein zerkleinert in den Turm hineingestreut, wo er sich bei freiem Fall auf einer Metallplatte absetzt, die mit 1-2 Papierfolien bedeckt ist, auf denen sich körniges saures Salz befindet, das eine grosse Absorptionsfähigkeit besitzt.

Pakete aus einer grossen Zahl von Mikanitfolien werden in einer vielstufigen hydraulischen Presse gepresst mit einem Druck von 20 kg/cm^2 bei einer Temperatur von $160-170^\circ \text{C}$ in 1 Stunde. Nach dieser Zeit und der erfolgten Abkühlung werden die Pakete gesammelt und auf die Gleichmässigkeit der Dichte kontrolliert.

Ziel der ersten Pressung ist die Schmelzung des Harzes und die Ver kittung der Glimmerfolien unter einander.

Nach gleichmässiger Verteilung des Glimmers werden die Mikanitfolien von Neuem in Pakete gepackt, die zwischen je zwei Schichten eine Papierfolie ~~haben~~ haben und ein zweites Mal mit

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBL 140, v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-13-

einem Druck von 120 kg pro cm^2 gepresst bei einer Temperatur von $160-170^\circ \text{C}$ 50-80 Minuten lang.

Ziel der zweiten Pressung ist es, Mikanitschichten zu erhalten, die gut gepresst sind und eine Kalibrierung und einen Schliff aushalten können.

Das Fräsen und Schleifen wird an Spezialbanken vorgenommen, die so eingerichtet sind, dass diese Operation in folgerichtiger Ordnung durchgeführt werden kann.

Das Fräsen von Mikanitplatten wird von der Seite des eingelagten Papierblattes her unternommen.

Nach dem Fräsen wird der Mikanitblock zuerst von der gefrästen Seite und dann von der anderen Seite her abgeschliffen.

Nach dem Schleifen muss das Mikanit den normativ festgelegten Massen in der Dicke entsprechen.

Danach wird das Mikanit mit Glyphtailack ~~händelt~~ oder Melanin-Glyphtailack mit einer Fettkonzentration von 5-7% bedeckt, nachdem es im Ofen bei einer Temperatur von $100-110^\circ \text{C}$ 10-15 Minuten lang getrocknet worden ist.

Dann erfolgt die dritte Pressung, die zwischen Stahlplatten vorgenommen wird und bei einem Druck von 160 kg/cm^2 vor sich geht etwa 30-40 Minuten lang.

Nach Abkühlung werden die Pakete gesammelt, kontrolliert und dann endgültig verpackt.

2. Elastische Mikanite (Elastisches Mikanit, Formmikanit)

Das Formmikanit mit einer Stärke von weniger als 0,4 mm, sowie auch das elastische Mikanitw werden mit Lack in einer speziellen Maschine von Konvairtyp mit Dampftrockenkammer hergestellt.

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBl. 140 Nr. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-14-

Zur Herstellung des Formmikanits benützt man Glyptallack mit 25% Gehalt, und für das elastische Mikanit Ölbitumenlack mit Nr 441.

Das Papier mit dem körnigen sauren Salz, das eine grosse Absorptionsfähigkeit besitzt wird längs der Kolumne des Konvairs mit Hilfe von Klemmen und Kettenübertragung angebracht.

Die erste Glimmerschicht wird von Hand angefertigt. Dann wird die Schicht mit einer Schicht Lack versehen und dann in der konsequenten Reihenfolge eine Schicht Glimmer, wobei jede Schicht Glimmer einen Auftrag mit Lack erhält.

Für die Gewährleistung der Gleichmässigkeit in der Verteilung der Stärke wird niedriges Licht verwendet.

Der Mikanitstreifen geht durch einen Trockenofen mit zwei Zonen: die erste mit einer Temperatur von 70-80°C, die zweite Zone mit 120-130°C.

Danach kommt die Schicht heraus und wird mit Wasser abgekühlt und läuft zur Schere, die gleich an der Maschine angebracht ist, wo sie in Blätter nach den angegebenen Massen zerschnitten wird.

Das Formmikanit wird dann einer Pressung, Fräsung, Schleifung und Beschneidung unterworfen, die den Vorgängen analog ^{sind} ~~ist~~, die für das Kollektormikanit beschrieben wurden.

3. Mikalent

Mikalent wird in einer Konvairmaschine hergestellt. Seidenpapier wird durch den unteren Mechanismus der Belackung gezogen, wo es gleichmässig mit Lack bestrichen wird.

Gleichzeitig mit der Vorwärtsbewegung der Lackfolie wird von Hand die erste Schicht der Glimmerfolie erzeugt.

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBl. 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-15-

Die obere Papierschicht des Mikalents geht durch den oberen Lackmechanismus und erhält eine Lackschicht von der Seite der Glimmerfolie aufgetragen, indem es die Glimmerfolie bedeckt.

Anschliessend läuft das Mikalent durch eine Reihe von Pressrollen, gelangt in den Empfangsmechanismus, wo es in Walzen mit einem Durchmesser von weniger als 120 mm gerollt wird.

Die Zylinder des Mikalents werden vom Empfangsmechanismus der Maschine abgenommen und in das Kabelpapier verpackt.

Die Mikalentzylinder werden zwischen die Enden der Schneidemaschine aufgestellt und mit Hilfe eines Messers, das an der Karkasse der Maschine angebracht ist in Zylinder geschritten, die die entsprechenden Masse haben.

Nach der Kontrolle und der Abnahme werden die Zylinder in Holzverpackungen gelegt und auf Banken aus Weissblech gelagert, auf deren Grunde eine lackgetränkte Unterlage sich befindet und hermetisch abschliesst.

4. Mikafolium

Mikafolium wird in einer Spezial-Konvairmaschine hergestellt, die eine Trockenkammer hat.

Telefonpapier gelangt durch den unteren Mechanismus der Lackierung und wird im oberen Teil mit Lack bedeckt. Gleichzeitig mit dem Durchgang des Papiers werden eine oder mehrere Schichten Glimmer angeklebt, was von der Stärke des Mikafoliums abhängt.

Die Auftragung des Lacks zur zweiten oder dritten Schicht geschieht von Hand mit Hilfe eines Pinsels.

Danach gelangt das Mikafolium in die Trockenkammer zur Entfernung aller flüchtigen Beimischungen. Die Trockenkammer hat zwei Temperaturzonen:

I. 80-90°C

II. 105-110°C

POOR ORIGINAL

-16-

Das getrocknete Mikafolium wird auf eine Metallplatte gelgt, kühlt ab und wird dann verpackt. Das Mikafolium gelangt nach einer Kontrolle zum Versand.

5. Fassonprodukte aus Formmikanit

Kollektorkonusse kleiner Masse (Mit einem Durchmesser bis 60 mm) gepresst werden kalt ~~gestanzt~~, die übrigen Kollektorkonusse werden auf dem Wege der heissen Formung angefertigt.

Die Herstellung von Mikanitkonussen mittels Kaltformung

Zur Formung wird die Mikanitfolie an den Enden beschnitten in einer Weite, die dem Durchmesser der Scheiben entspricht.

Der Konus wird gewöhnlich aus drei Scheiben zusammengesetzt, von denen die eine kleiner, die beiden anderen grösser sind. Die kleine Scheibe dient zur Befestigung der Kuppe des Konus.

Der Herstellungsprozess des Konus besteht in folgendem:

Aus dem Mikanitstreifen werden mit Hilfe einer Excenterpresse grosse und kleine Scheiben gepresst.

Dann wird ein Satz bestehend aus zwei grossen und einer kleinen Scheibe zusammengestellt.

Die Scheibensätze werden auf einer Metallplatte mit elektrischer Beheizung auf 170° abgelegt für 0,5-1,0 Minuten. Die erhitzten Scheiben werden schnell auf Matrizen gelegt und mit der hydraulischen Presse zusammengeschmiedet. Dort findet auch die Formung und Pressung statt.

Die Herstellung von Mkanitkonussen durch Heissformung

Die Herstellung der Scheiben (Segmente) geht analog der Herstellung derselben bei Kaltformung vor sich

Nach der Sammlung der Scheibenreihe werden diese auf Matrizen gelegt. Dort vollzieht sich die Erhitzung und Formung.

Die Erhitzung des Konus vollzieht sich bei $200-225^{\circ}\text{C}$

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBl. 140, v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-17-

in elektrischen Öfen. Daraufhin werden sie in der hydraulischen Presse gepresst. Nach der Pressung und Abkühlung werden die Konusse nach Zeichnung geschnitten, abgelegt, kontrolliert und verpackt.

4. Schlussfolgerungen

- 1) In der Rumänischen Volksrepublik befinden sich grosse Vorräte an Muskovitglimmer
- 2.) Die Grösse der Oberfläche des Glimmers in der RVR verläuft in den Grenzen von 400-5500 m², von dem der Glimmer mit einer Grösse von 1500-4000 m² 76% einnimmt.
- 3) Der Naturglimmer wird in der elektrotechnischen Industrie nur ~~in der RVR~~ zu 5% verwendet, der restliche Teil wird zur Herstellung von Elektroden, in der Kautschukindustrie und in der Erdölindustrie verwendet.

Die Merkmale des rumänischen Muskovitglimmers können wie folgt mit dem Glimmer anderer Länder verglichen werden:

I. Chemischer Bestand

R A. Chemische Analyse

Rumän. Glimmer 4,98-6,08%

SO₂ 44,91-45,65 %

Al₂O₃ 34,33-35,70%

Fe₂O₃ 1,99-3,21%

CaO 0,14-0,36%

MgO 0,61%

K₂O 10,09-11,28%

B. Rationale Analyse

Glimmer 86,24%

Natriumfeldspat 9,04%

Fe₂O₃ 3,21 %

CaO 0,14%

MgO 0,44

Organische Bestandteile 1,5%

2) Spezifisches Gewicht 2,30-2,78 g/cm³

3) durchschn. Säurefestigkeit 1,6%

4) Wasserdurchlässigkeit (Mittel) 5%

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBL 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-17-

in elektrischen Öfen. Daraufhin werden sie in der hydraulischen Presse gepresst. Nach der Pressung und Abkühlung werden die Konusse nach Zeichnung geschnitten, abgelegt, kontrolliert und verpackt.

4. Schlussfolgerungen

- 1) In der Rumänischen Volksrepublik befinden sich grosse Vorräte an Muskovitglimmer
- 2.) Die Grösse der Oberfläche des Glimmers in der RVR verläuft in den Grenzen von 400-5500 m², von dem der Glimmer mit einer Grösse von 1500-4000 m² 76% einnimmt.
- 3) Der Naturglimmer wird in der elektrotechnischen Industrie nur ~~in der RVR~~ zu 5% verwendet, der restliche Teil wird zur Herstellung von Elektroden, in der Kautschukindustrie und in der Erdölindustrie verwendet.

Die Merkmale des rumänischen Muskovitglimmers können wie folgt mit dem Glimmer anderer Länder verglichen werden:

I. Chemischer Bestand

R	<u>A. Chemische Analyse</u>		<u>B. Rationale Analyse</u>
Rumän. Glimmer	4,98-6,08%	Glimmer	86,24%
SO ₂	44,91-45,65 %	Natriumfeldspat	9,04%
Al ₂ O ₃	34,33-35,70%	Fe ₂ O ₃	3,21 %
Fe ₂ O ₃	1,99-3,21%	CaO	0,14%
CaO	0,14-0,36%	MgO	0,44
MgO	0,61%	Organische Bestandteile	1,5%
K ₂ O	10,09-11,28%		

2) Spezifisches Gewicht 2,30-2,78 g/cm³

3) durchschn. Säurefestigkeit 1,6%

4) Wasserdurchlässigkeit (Mittel) 5%

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBI. 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-17-

in elektrischen Öfen. Daraufhin werden sie in der hydraulischen Presse gepresst. Nach der Pressung und Abkühlung werden die Konusse nach Zeichnung geschnitten, abgelegt, kontrolliert und verpackt.

4. Schlussfolgerungen

- 1) In der Rumänischen Volksrepublik befinden sich grosse Vorräte an Muskovitglimmer
- 2.) Die Grösse der Oberfläche des Glimmers in der RVR verläuft in den Grenzen von 400-5500 m², von dem der Glimmer mit einer Grösse von 1500-4000 m² 76% einnimmt.
- 3) Der Naturglimmer wird in der elektrotechnischen Industrie nur ~~in der RVR~~ zu 5% verwendet, der restliche Teil wird zur Herstellung von Elektroden, in der Kautschukindustrie und in der Erdölindustrie verwendet.

Die Merkmale des rumänischen Muskovitglimmers können wie folgt mit dem Glimmer anderer Länder verglichen werden:

I. Chemischer Bestand

R	<u>A. Chemische Analyse</u>	<u>B. Rationale Analyse</u>
Rumän. Glimmer	4,98-6,08%	Glimmer 86,24%
SO ₂	44,91-45,65 %	Natriumfeldspat 9,04%
Al ₂ O ₃	34,33-35,70%	Fe ₂ O ₃ 3,21 %
Fe ₂ O ₃	1,99-3,21%	CaO 0,14%
CaO	0,14-0,36%	MgO 0,44
MgO	0,61%	Organische Bestandteile 1,5%
K ₂ O	10,09-11,28%	

2) Spezifisches Gewicht 2,30-2,78 g/cm³

3) durchschn. Säurefestigkeit 1,6%

4) Wasserdurchlässigkeit (Mittel) 5%

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBI. 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-17-

in elektrischen Öfen. Daraufhin werden sie in der hydraulischen Presse gepresst. Nach der Pressung und Abkühlung werden die Konusse nach Zeichnung geschnitten, abgelegt, kontrolliert und verpackt.

4. Schlussfolgerungen

- 1) In der Rumänischen Volksrepublik befinden sich grosse Vorräte an Muskovitglimmer
- 2.) Die Grösse der Oberfläche des Glimmers in der RVR verläuft in den Grenzen von 400-5500 m², von dem der Glimmer mit einer Grösse von 1500-4000 m² 76% einnimmt.
- 3) Der Naturglimmer wird in der elektrotechnischen Industrie nur ~~inxxxxxx~~ zu 5% verwendet, der restliche Teil wird zur Herstellung von Elektroden, in der Kautschukindustrie und in der Erdölindustrie verwendet.

Die Merkmale des rumänischen Muskovitglimmers können wie folgt mit dem Glimmer anderer Länder verglichen werden:

I. Chemischer Festand

R	<u>A. Chemische analyse</u>	<u>B. Rationale analyse</u>
Rumän. Glimmer	4,98-6,08%	Glimmer 86,24%
SO ₂	44,91-45,65 %	Natriumfeldspat 9,04%
Al ₂ O ₃	34,33-35,70%	Fe ₂ O ₃ 3,21 %
Fe ₂ O ₃	1,99-3,21%	CaO 0,14%
CaO	0,14-0,36%	MgO 0,44
MgO	0,61%	Organische Bestandteile 1,5%
K ₂ O	10,09-11,28%	

2) Spezifisches Gewicht 2,30-2,78 g/cm³

3) durchschn. Säurefestigkeit 1,6%

4) Wasserdurchlässigkeit (Mittel) 5%

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBI. 140, v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-18-

5) Hitzebeständigkeit

- a) bei 700° beginnt Mattierung
- b) bei 900° völlig matt, brüchig
- c) bei 1300° brüchig

6) Die Festigkeit bei thermischem Impuls von 900°

Hält thermischen Impuls aus

7) Spezifischer Umfangswiderstand $1-7 \cdot 10^{13} \Omega \text{ cm}$ 8) Spezifischer Oberflächenwiderstand $1-3 \cdot 10^9 \Omega$

9) Festigkeit auf elektrische Klammer in Transformatoren-

fett 150-240 KW/mm im Durchschnitt

10) Der Koeffizient der dielektrischen Verluste

- a) bei $460 \cdot 10^3 \text{ Hz}$ $15-103 \cdot 10^{-4}$ im Durchschnitt

- b) bei $1,7 \cdot 10^6 \text{ Hz}$ $16-125 \cdot 10^{-4}$ " "

11) Dielektrische Konstante 5,6-7,7

5) In der Rumänischen Volksrepublik wird ein ganzes Sortiment an Produkten aus Glimmerfolie hergestellt, die zur Konstruktionen elektrischer Maschinen nach staatlichen Normen verwendet werden.

6) Die Herstellung von Produkten aus Glimmerpapier ist noch nicht allzu häufig. Es sind Laborversuche geführt worden, die bisher nur den technologischen Prozess der Herstellung der Paste erforscht haben. Auf dem Gebiet der Glimmerpapierherstellung gehen die Untersuchungen weiter.

Die Reserven an Glimmer mit grosser Oberfläche erfordern eine baldige Beherrschung der Glimmerpapierproduktion, denn sie sind bereits begrenzt.

Daher halten wir die Zusammenarbeit mit den Ländern für unbedingt erforderlich, die im KAER Mitglied sind.

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBl. 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

(23)
R. V. R.

Ministerium für Chemische Industrie
Institut für wissenschaftliche chemische
Forschung

50X1-HUM

Das derzeitige Stadium in der Erforschung der Epoxyharze
in der Rumänischen Volksrepublik

R. Michail

T. Stojenescu

50X1-HUM

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBI, 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

- 1 -

Der augenblickliche Stand in der Erforschung der Epoxyharze
in der Rumänischen Volksrepublik.

Übersicht

1. Der Stand der Frage in unserem Lande:

Kurze Übersicht der Entwicklung der Frage.

2. Möglichkeiten der gegenwärtigen und zukünftigen Produktion

Darlegung der Grundlagen des Rohstoffs, der in den Jahren
1957-1960 verwendet werden wird und die bestehenden
Produktionskapazitäten.

3. Typen der Grundharze und die Bedingungen ihrer Zubereitung:

Beschreibung der Methode der Zubereitung und die Eigen-
schaften des Grundharzes.

4. Die Härtungsverfahren:

Bedingungen des Abgusses

5. Typen der abgegossenen Harze und deren Eigenschaften:

Bezeichnung der Harztypen, die für elektrotechnische
Zwecke hergestellt werden.

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBI. 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-2-

I. Der Stand der Frage in unserem Lande

Die Erforschung der Epoxydharze wurde zum ersten Mal in der Rumänischen Volksrepublik zu Beginn des Jahres 1954 im Institut für Chemische Forschung vorgenommen. Seit dieser Zeit bis zum heutigen Tage hat auf diesem Gebiete ein kleines Kollektiv bestehend aus zwei Forschern und einem Laboranten gearbeitet.

Im Verlaufe des ersten Jahres der Forschung sind die Grundlagen für die laboratoriumsmässige Herstellung von Zwischenprodukten gelegt worden, die in unserem Lande bisher nicht hergestellt wurden.:

- P - P' - Dioxydiphenylpropan (Dian)
- Glycerin- α - γ - Dichlorhydrin
- Epichlorhydrin-

Darauf folgte die Herstellung dieser Stoffe in bestimmter Menge, die erforderlich war, um zur laboratoriumsmässigen vorbereitenden Erforschung der Kondensation des Diphenylpropans mit Epichlorhydrin überzugehen.

Im Jahre 1955 wurde im Laboratorium der technologische Prozess zur Gewinnung des Grundepoxydharzes zum Abguss und zur Adhäsion geschaffen. Ausserdem wurden die Leimung und der Abguss der hergestellten Typen von Epoxydharzen studiert.

Ebenfalls im Jahre 1955 ging man zur Herstellung von Dioxydiphenylpropan in Versuchseinrichtungen über.

1956 forschten wir nach den Einrichtungen einiger Verbraucher verschiedener Typen des hergestellten Epoxydharzes und auf der Grundlage der gewonnenen Daten ~~kann~~ ist für 1957 der Übergang zur vollindustriellen Produktion geplant.

Das Studium der Epoxydharze ist nicht nur auf Abguss und Adhäsion gerichtet. Im Jahre 1956 wurde ein ausreichend grosser

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBI 140 v. 2. 10. 1952, S. 962)

POOR ORIGINAL

-3-

Teil der Frage der Herstellung von Lack auf Grundlage der Epoxydharze erforscht und zwar: die Ätherifikation der Epoxydharze mit Fettsäuren und Sikkativfetten womit im Zusammenhang im Laboratorium der technologische Prozess redigiert wurde.

In der Perspektive der nächsten zwei Jahren haben wir vor, folgendes zu verwirklichen:

- eine Herstellungsanlage für das Grundepoxydharz im Institut für Chemische Forschung, die uns ermöglichen wird, eine weitere vergäähende Forschung der verschiedenen Typen von Polymeren zu pflegen, was besonders die physikalischen und chemischen Eigenschaften betrifft. Diese Einrichtung ermöglicht die Einführung der Harze und die Durchführung von Versuchen auf verschiedenen Gebieten ihrer Anwendung.

- eine vollindustrielle Einrichtung für die Epoxydharze

- die Fortführung der Laborarbeiten ~~mit~~ mit metallischen Einrichtungen

- Die Bearbeitung der technologischen Prozesse zur Gewinnung von Lacken durch Veränderung synthetischer Harze und Amide.

2. Möglichkeiten der gegenwärtigen und zukünftigen Produktion

Wenn gegenwärtig die Herstellung von Epichlorhydrin, auf entsprechende Weise des Glycerin-Dichlorhydrins zur Gewinnung von Epoxydharzen durch Hydrochlorierung des Glycerins erfolgt, so wird in Zukunft der Übergang zu einem anderen Rohstoff erfolgen, nämlich zu Propylen. Propylen wird beim Kracken einiger Ölfrakte gewonnen und aus den Gasen herausgesondert, die beim Kracken entstehen. Durch Chlorierung des Propylens wird Chloridälyl, ~~das~~ der wichtige Zwischenstoff für die Gewinnung synthetischen ~~Harzes~~ Glycerins gewonnen. Durch Chlorierung von Chloridälyl in wässrigen Lösungen wird Dichlorhydrin von Glycerin gewonnen, das als solches oder in Epichlorhydrin verwandelt verwendet wird.

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBR: 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

FOUR ORIGINAL

-4-

Azeton und Phenol werden durch die Kumenmethode gewonnen. Durch Alkylierung des Benzols mit Propylen entsteht Kumen, das durch Oxydierung in Hydroperoxyd das Kumens übergeht. Die Hydrolyse dieser Verbindung ergibt Phenol und Azeton. Schliesslich gewinnt man den Grundrohstoff für die Bildung der Epoxydharze aus Benzol und Propylen.

Die Phenol und Azeton und Dichlorhydrin herstellenden Anlagen werden voraussichtlich gegen 1960 in Betrieb genommen werden. Auf diese Weise ergibt sich die Möglichkeit der Gewinnung billiger Epoxydharze.

Bis zum Jahre 1960 wird sich die Produktionskapazität auf der Grundlage von Glycerin entwickeln. Es ist folgende Dynamik geplant:

1957	30 to
1958	50 "
1959	50 "
1960	250 "

Wir nehmen an, dass diese Mengen zur Deckung der inneren Bedürfnisse ausreichen werden.

3. Typen der Grundharze und die Bedingungen für ihre

Zubereitung

Vor der Beschreibung der Grundepoxydharze werden wir in knappen Sätzen die Methode zur Gewinnung der Zwischenprodukte zeigen, die zur Zeit angewendet wird.

P, P'-Dioxydiphenylpropan

Aus den erprobten Methoden haben wir die Kondensierung des Phenols mit Azeton in Schwefelsäure ausgewählt. Zur Herstellung eines Produkts mit dem Schmelzpunkt von über 151°C, das schwach gefärbt ist, haben wir eine Reaktionstemperatur von 30° und eine Dauer von 10 Stunden Minimum eingerichtet. Das auf diese Weise hergestellte

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBL 140, v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-5-

Diphenolpropan kann für die Kondensation unmittelbar verwendet werden, ohne dieses wäre eine Reinigung nötig gewesen. Die Konversion des Phenols zeigt ungefähr 65%.

Glycerindichlorhydrin und Epichlorhydrin wurden auf klassische Weise hergestellt: durch Carbottierung der Salzsäure mit Glycerin bei einer Temperatur von etwa 100°C und die zweite Methode durch Dihydrochlorierung von Glycerindichlorhydrin mit Kalziumhydroxyd im einem Ruicksystem.

Die Anwendung der Methode der Dihydrochlorierung mit Natriumhydroxyd in wässriger Lösung im Stoss-System wird zur Zeit erarbeitet.

Wie oben gezeigt wurde, ist die Gewinnung von Glycerindichlorhydrin aus Glycerin nur im Augenblick die Lösung der Frage, damit in Zukunft dieses Produkt eine Metamorphose zum Wert der sekundären Produkte macht, die in der Produktion des synthetischen Glycerins gewonnen werden.

Das Epoxyd-Grundharz

Zur Herstellung des Grundepoxydharzes ist die Kondensierung des Diphenolpropans mit Epichlorhydrin und Glycerindichlorhydrin studiert worden. Es wurde ein Effekt der verschiedenen Parameter festgestellt wie:

Eine Molarbeziehung zwischen den reagierenden Stoffen

Eine Molarwechselbeziehung zwischen den reagierenden Stoffen und dem Agens der Kondensierung

Die Methode der Einführung des Natriumhydroxyds

Die Reaktionstemperatur

auf die Eigenschaften des erhaltenen Polymers.

Aus diesen Versuchen wurde eine Reihe von Polymeren gewonnen, die sich von einander durch Molekulargewicht, Schmelzpunkt und Inhalt an Epoxydgruppen unterscheidet.

Die gewonnenen Polymere sind mit denen verglichen worden, die

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBL 140, Nr. 2, 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-6-

in der Literatur beschrieben werden.

In Tabelle I sind die Schmelzpunkte, das Epoxydäquivalentgewicht für Harze mitgeteilt, die in der Literatur erwähnt werden und für Polymere, die im Laboratorium aus Epichlorhydrin und Glycerindichlorhydrin hergestellt werden.

Die graphische Darstellung der Bedeutungsinhalte in Tabelle I ist in Zeichnung 1 übertragen.

Wie aus Zeichnung 1 hervorgeht, können alle drei Sorten von Polymeren als identisch bezeichnet werden.

Der Schmelzpunkt der Epoxydharze wurde durch Ring- und Kugelmethode festgestellt.

Tabelle I

Epoxydharz	Schmelzpunkt °C	Epoxydäquivalentgewicht
Epoxydharz nach E. John	27	249
Plaste und Kautschuk 1954	43	325
Nr 3,50-56	77	516
	84	592
	90	730
	100	860
Epoxydharz aus Epichlorhydrin	35	310
von den Verfassern hergestellt	55	400
	66	470
	72	500
	88	720
Epoxydharz aus Glycerindichlorhydrin, von den Verfassern hergestellt	23	250
	52	360
	68	460

Das Äquivalentepoxydgewicht wurde nach dem Anteil der Epoxi-Gruppen an der Verbindung gemessen, dosiert mit Salzsäuremethode in Pyridin.

Aus diesen Polymeren wurden drei Harztypen zum Abguss aus-

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBI. 401 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-7-

gewählt, deren Eigenschaften in Tabelle 2 beschrieben sind.

Es wurde kein Unterschied zwischen den Polymeren festgestellt, die aus Epichlorhydrin oder Glycerindichlorhydrin hergestellt waren, lediglich in Bezug auf die Farbe und zwar: die aus Glycerindichlorhydrin hergestellten Harze sind intensiver gefärbt als die Harze aus Epichlorhydrin.

Tabelle 2

Bezeichnung	Schmelzpunkt °C	Äquivalent- epoxyd %	Äquivalentepoxyd gewicht
Dinox 040	20-28	0,40	250
Dinox 110	55	0,24	420
Dinox 140	70	0,20	500

Wir meinen, dass nur dann, wenn uns ausreichende Mengen Harze zur Verfügung stehen, die gestatten parallel grosse Versuche durchzuführen, Harze, die aus Epichlorhydrin ~~hergestellt sind~~ und Dichlorhydrin hergestellt sind, wir mit einiger Sicherheit die Identität dieser beiden Polymere werden feststellen können. Die Bedingungen für die Herstellung dieser drei Typen von Harzen sind in Tabelle 3 aufgeführt.

Tabelle 3

Bedingungen für die Gewinnung von Epoxydharzen

Epoxydharze Schmelzpkt °C	Reaktionsstoff	Molarwechsel- beziehungen Dian: Epichlorhydrin	NaOH Temperatur °C	Zeit Stunden
20-30	Epichlorhydrin	1:3	Lösung 30% Tropfen 3 Std.	3,5
	Dichlorhydrin	1:3	Lösung 30% Tropfen 3 Std.	65 2,0

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBL 140, v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-8-

55	Epichlorhydrin	1:2	Lösung 10%	65	3,0
	Dichlorhydrin	1:1,7	Lösung 30% Tropfen 1 Std	85	2,0
70	Epichlorhydrin	1:1,5	Lösung 10%	100	1,2
	Dichlorhydrin	1:1,5	Lösung 30% Tropfen 1 Std	85	2,0

Wie ansichtlich ist, werden mit Veränderung der Molärwechselbeziehungen zwischen den reagierenden Stoffen, mit der Veränderung der Temperatur, der Reaktionsdauer und der Methode der Einführung des Natriumhydroxyds drei Polymere gewonnen.

4. Das Härungsverfahren

Alle drei Arten von Grundepoxydharzen erhärten leicht mit Phtalanhydrid und Aminen bei einem Schmelzpunkt im Falle der Harze von 20-28°C.

Bis jetzt wurden viele Versuche über den Harzabguss bei einem Schmelzpunkt von 55 und 70°C unternommen, die mit Phtalanhydrid unterstützt wurden.

Aus den angeführten Versuchen ist zu ersehen, dass das optimale Wechselverhältnis zwischen dem Harz und dem Agens der Härtung 0,9 Mol Phtalanhydrid für das Äquivalentgewicht des Epoxydharzes beträgt.

Das Gemisch dieser beiden Produkte wird beispielsweise bei einer Temperatur von 130°C hergestellt bei einer maximalen Dauer von 30 Minuten. Dann, wenn wir die Beimischungen oder Farbstoffe hinzugeben, ergänzen wir Phtalanhydrid bis zur Einführung der Ingredienzien in das Harz.

Die Erhärtung geht bei einer Temperatur von 190°C vor sich, was einer Härtungszeit von zwei Stunden entspricht. Die Härtung

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutze des Volkseigentums geschützt (GBI, 140, v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-9-

kann auch bei wesentlich niedrigeren Temperaturen vor sich gehen, wenn die Reaktionsdauer vergrössert wird.

Harz mit einem Schmelzpunkt von 55°C führt sich besser beim Abguss weil es bei einer Temperatur von 130°C flüssiger ist als das Harz mit einem Schmelzpunkt von 70°C .

Wir hatten mit keinem dieser Harze irgendwelche Schwierigkeiten wegen Bildung von Luftbläschen in der Abgussmasse.

In Bezug auf die Stenzen: Ein grosser Teil der Abgüsse wurde in metallischen Stenzen hergestellt, die aus Eisen oder Messin hergestellt waren. Die ausschliessliche Adhäsion des Harzes hat unsere Arbeit erschwert. Es gelang uns diese Erschwernis durch Einschmieren der Stenzen mit den klassischen Agenten für Abstoßung zu überwinden. Wir hatten keine Silikone für die Schmierung.

5. Typen der abgegossenen Harze und ihre Eigenschaften

Durch die Härtung mit Phtalanhydrid wird eine gefärbte Gussmasse gewonnen, die gelblich, durchscheinend, und thermoplastisch bei 200°C ist. Die mechanischen und elektrischen Eigenschaften sind in den entsprechenden Tabellen 4 und 5 erläutert.

Tabelle 4

Die mechanischen Eigenschaften des Epoxiharzes mit einem Schmelzpunkt von 70° , das mit Phtalanhydrid 2 Stunden bei 190° gehärtet worden ist.

Nr	Eigenschaften	Masseneinheit	Werte
1.	Widerstand auf Zug	kg/cm^2	7-8000
2.	Widerstand auf Druck	kg/cm^2	1200-1500
3.	Widerstand auf Biegung	kg/cm^2	1400-1500
4.	Schlagzähigkeit	cm/kg/cm^2	10
5.	Festigkeit	kg/cm^2	2500
6.	Elastizitätsmodul	kg/cm^2	30 000
7.	Stabilität der Masse nach Wäss.	$^{\circ}\text{C}$	140

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBI. 140 v. 2. 10. 1952, S. 982)

POOR ORIGINAL

-10-

Proben für diese Versuche waren nicht bedingt.

Tabelle 5

Elektrische Eigenschaften der Epoxydharze mit einem Schmelzpunkt von 55°C , 2 Stunden bei 120° mit Phthalanhydrid gehärtet

Nr.	Eigenschaften	Massseinheit	Werte
1.	Umfangswiderstand	Ω cm	$5 \cdot 10^{14}$
2.	Oberflächenwiderstand	Ω	$1 \cdot 10^{12}$
3.	Dielektrische Konstante	-	6
4.	Dielektrische Feste	KW/cm	165
5.	Tangensfallwinkel		
	20°		
	50 Hz		0,010
	10^6 Hz		0,020

Die Proben für die Versuche waren nicht bedingt

Schlussfolgerungen

Die Entwicklung der Epoxydgiessharze in unserem Lande ist mit der Elektroindustrie verbunden. Es ist vorgesehen, dass in der nächsten Zeit das Harz für Transformatoren, Kondensatoren und als Adhäsiv in Druckschemen, sowie als Füllmasse für die Elektroindustrie verwendet wird. Was die Entwicklung der Epoxydharze in der Zukunft betrifft, so meinen wir, dass die Vereinigung der analytischen Methoden und der Methoden zur Messung der Eigenschaften der Harze in dem ganzen Lager notwendig wären. Dazu schlagen wir den unmittelbaren Erfahrungsaustausch zwischen den Forschungsinstituten vor, die sich mit dieser Frage in den Mitgliedsländern beschäftigen.

Diese Unterlage ist durch das Gesetz zum Schutz des Volkseigentums geschützt (GBL 140, v. 2. 10. 1952, S. 982)

BOOK ORIGINAL

18

25

50X1-HUM

HERSTELLUNG VON LACKDRÄHTEN
IN DER UdSSR

K O S Y R E W N. P.

Ministerium der Elektroindustrie
U d S S R

50X1-HUM

POOR ORIGINAL

- 2 -

Die Fabrikation von Lackdrähten in der UdSSR wurde in den Jahren 1925 bis 1930 organisiert.

Der Aufschwung des Elektromaschinenbaus in der Sowjetunion machte ein entsprechendes Anwachsen der Herstellung von Lackdrähten zu seiner Voraussetzung. Er wird durch folgende Tatsachen veranschaulicht:

Im Jahre 1940 betrug die Lackdrahtproduktion 33,5 % der allgemeinen Isolier-Kupferdraht-Produktion.

1956 war der Anteil auf 49 % gestiegen, jedoch hatte sich inzwischen die Lackdrahtherstellung mehr als verzehnfacht.

Im sechsten Fünfjahrplan ist eine weitere Steigerung der Lackdrahtproduktion vorgesehen; sie wird im Jahre 1960 mehr als das Doppelte von 1956 erreichen.

Der mengenmässige Anstieg des Bedarfs an Lackdrähten stellt die Kabelindustrie der Sowjetunion vor sehr schwierige Aufgaben im Zusammenhang mit der Kapazitätssteigerung. Nicht minder schwierig wird die Bewältigung dieser Aufgaben im Hinblick auf die wachsenden Ansprüche an die Qualität der Isolierung.

Die Herstellung von Drahtlacken

Die Lacke für die Drahtisolierung werden durchweg von inländischen (also in der SU gelegenen) Fabriken hergestellt. In der Zeit vor 1947-1948 erfolgte die Drahtlackherstellung innerhalb der Betriebe der Ka-

66:442.5777-12 (A)

POOR ORIGINAL

- 3 -

belindustrie. Seit 1947-1948 ist man dazu übergegangen, derartige Lacke auch in Betrieben der chemischen Industrie zu fertigen.

Seit dem Zeitpunkt der Einführung synthetischer Lacke in der Lackdrahtproduktion, ist die Versorgung der Kabelindustrie mit derartigen Lacken restlos den dem Zuständigkeitsbereich des Ministeriums der chemischen Industrie der SU unterstehenden Betrieben zugefallen.

Die Lackherstellung auf Ölbasis ist nach wie vor innerhalb der Betriebe der Kabelindustrie fortgeführt worden.

Typen und Hauptmerkmale der Isolationslacke

Die Fabrikation von Lackdrähten beruht^e/bis zum zweiten Weltkrieg auf der Anwendung von stromisolierenden Öllacken.

Für die Herstellung dieser Lacke gelangen in den Kabelwerken folgende Pflanzenöle zur Anwendung: Tungöl, Leinöl und Komposita.

Gegenwärtig stellen die Kabelwerke die von ihnen angewendeten Lacke folgender unfizierten Rezeptur entsprechend her (Einheitsrezept):

(Tabelle 1)

100:105:37/1-1 (4)

POOR ORIGINAL

- 4 -

T A B E L L E 1

Komponenten	Anteile in %			
	<u>Lack ML-3</u> (zum Isolieren von Drähten mit 0,05-0,09mm Ø)	<u>Lack ML-2</u> (z. Isolieren von Drähten mit 0,1-0,44 mm Ø)	<u>Lack ML-5</u> (für Drähte v. 0,1-0,5mm bei Lackierung mit verminderter Anzahl v. Tauch- vorgängen)	<u>Lack ML-1</u> (zum Isolieren von Drähten mit 0,44mm Ø und mehr)
Tungöl	18	21	45	46
Polymerisiertes Leinöl	37	43	10	26
Xylenolkopal	40	20	30	23
Kalziumresinat	5	14	14	3
Manganresinat	-	2	1	2
Petroleum	100	100	100	100

Der relativ niedrige Herstellungspreis dieser Isolierlacke auf Ölbasis hat nebst einigen anderen Umständen die bevorzugte Verbreitung verursacht, die sie in den Kabelwerken der Sowjetunion als Isoliermittel für Kupferdraht erfuhren.

Allerdings kann man nicht umhin, hier auch eine ganze Reihe von nachteiligen Eigenschaften der mit Öllack auf Pflanzenölbasis isolierten Drähte zu erwähnen.

G0:145,57/1412 (4)

POOR ORIGINAL

- 5 -

Als Nachteile derartiger Drähte gelten bekanntlich ihre verhältnismässig geringe Widerstandsfähigkeit gegen Wärme (90-105° C), eine unzureichende Widerstandsfähigkeit gegen Benzin und ungenügende mechanische Festigkeit.

(?) Wegen dieser Mängel wurden von den Kabelwerken der Sowjetunion neben den Drähten mit Lackisolierung auf Pflanzenölbasis zeitweilig auch Drähte mit Glyptallackisolierung produziert.

Ein solcher, mit Glyptallack isolierter Draht behält eine ausreichende Elastizität nach Temperatureinwirkung von 125° C nach 15-20 Tagen und nach Temperatureinwirkung von 200° C im Laufe von 4 Stunden.

Der Lackfilm ist ausreichend elastisch auch bei Kälte, so dass er ein Aufspulen auf den ein- bis zweifachen Durchmesser bei einer Temperatur von 10 -15° C aushält.

(??) Die Durchschlagsspannung eines Lackdrahtes von 1,3mm Durchmesser mit einem Lacküberzug von 0,025mm beträgt 4500-4800 .

Ein typisches Glyptallackrezept enthält etwa 50% Mono- oder Diglyzeride, etwa 30% Phtalanhydrit, den Rest bilden (annähernd zu gleichen Teilen) - Glycerin und Fettsäuren des Leinöls.

Diese Lackzusammensetzung besitzt eine ausreichende Lösbarkeit in Petroleum (etwa 1 : 18).

50:345.57/1-15 (4)

POOR ORIGINAL

- 6 -

Die Widerstandsfähigkeit gegen Wärme sowie die Elastizität der Lackschicht bleiben erhalten, auch wenn 5 Jahre natürlicher Alterung verstrichen sind.

Die Verwendung von Glyphtallacken erhöht wohl die Wärmeresistenz und Stabilität des Lacküberzuges, in sehr vielen Fällen jedoch ist die Mechanische Widerstandsfähigkeit der Drahtisolierung ohne eine äussere faserige Isolierschicht nicht ausreichend. Für diese besonderen Fälle höherer Beanspruchung stellen die Kabelwerke der Sowjetunion Lackdrähte her, die mit Lacken auf Polyvinylazetalbasis oder auf Polamidbasis isoliert sind.

Drähte mit besonders fester Lackschicht werden mit den Lacken METALVIN, WINIFLEX und PL-2 isoliert.

Die Rezeptur ist folgende:

Rezeptur des Lackes METALVIN:

Polyvinilformal	10,8 %
Harz Resol-300	5,4 %
Dikresol	48,0 %
Solvent	35,8 %
Trietanolamin	0,15 % der Polyvinilformaldosis

3. 11. 57/1-65 (4)

POOR ORIGINAL

Rezeptur des Lackes VINIFLEX

Polyvinilformaläthylal	15 %
Phenoloformaldehythes Harz	10 %
Äthylzellosov	37 %
Chlorbenzol	37,5 %

Rezeptur des Lackes PL-2 auf Polyamidresolbasis

Polyamides sopolymeres Harz Ho 54	17,6 %
Phenol	19,54 %
Trikresol	6,64 %
Furfurol	8,07 %
Ammoniak	2,15 %
Formalin	17,5 %
Äthylzellosov	20,6 %

Die Herstellung des polyamiden Lackes PL-2 wird durchgeführt indem man zunächst das polyamide Harz im Phenol auflöst und das Phenol anschliessend mit Formaldehyt und Furfurol kondensiert. Das Auflösen der Lackgrundlage im Äthylzellosov erfolgt ohne Entnahme des Wassers. Infolgedessen besteht der flüchtige Teil des Lackes aus Äthylzellosov und Wasser, sowie einem minimalen Phenolanteil, die keine Reaktion bilden.

Die Eigenschaften der Lackdrähte, die mit den vorgenannten Lacken isoliert sind, stimmen praktisch überein.

30.11.57.15.45 (u)

POOR ORIGINAL

- 8 -

Am wirtschaftlichsten im Hinblick auf den anteiligen Lackbedarf pro t Metall, folglich auch in den Kosten der Drahtlackierung, erweisen sich die Lacke auf Polyamidbasis.

Es beträgt beispielsweise der prozentuale Anteil der Trockensubstanz bei den Lacken auf Polyvinylazetalbasis WINIFLEX 23-25 %; beim Lack-METALLVIN nur 15-16 % - und beim Lack PL-2 35-37 %.

Man nimmt an, dass die Lacke auf Polyamidbasis am wenigsten gesundheitsschädlich sind, infolgedessen ist der Arbeitstag der in der Drahtherstellung Beschäftigten, wo dieser Lack verwendet wird, auf 8 Stunden festgesetzt.

Wo mit dem Lack VINIFLEX isoliert wird, ist die Arbeitszeit auf 6 Stunden verkürzt.

Gewisse Vorzüge in seiner Widerstandsfähigkeit gegen Benzol besitzt mit METALLVIN isolierter Draht und noch grössere Vorzüge zeigen mit Lack auf Polyamidbasis isolierte Drähte. Andererseits befinden sich diese in bezug auf die mechanische Festigkeit der Isolierung in einem geringen Nachteil gegenüber den Drähten METALLVIN und VINIFLEX.

Die Resistenz gegen Elastizitätsverlust (Alterung) durch Wärmeeinwirkung bei 125° C ist bei allen besonders festen Drahtlacken durchaus zufriedenstellend.

Tabelle 2 zeigt eine Gegenüberstellung verschiedener Messungen an Drähten mit diesen besonders festen Lackschichten.

60115.57/1-15 (4)

POOR ORIGINAL

- 9 -

Die Isolierschicht aller hier wiedergegebenen Lackrezepturen leistet der Einwirkung von Verdünnungsmitteln guten Widerstand. Weniger verlässlich sind die Lackschichten (besonders die auf Polyamidbasis) bei Spirituseinwirkung.

Tabelle 3 zeigt Prüfungsergebnisse von Lackdrähten, die mit Lack PL-2 auf Polyamidresolbasis und WINIFLEX-Lack isoliert waren und deren Schicht der Einwirkung von Verdünnungsmitteln beträchtlichen Widerstand entgensetzte.

In der gleichen Tabelle sind Prüfungsergebnisse auch von Drähten mit Öllackschicht gegenübergestellt.

Die Elastizität der Drahtlackschicht ist vor und nach einer beträchtlichen Alterung ausreichend gut. So behält beispielsweise die Drahtlackschicht nach einer Alterung von über 1000 Stunden bei einer Temperatur von 125° C ihre Elastizität bei einer Zerreissprobe (bei einem Draht von unter 0,36 mm Durchmesser) oder beim Aufwickeln auf eine Spindel mit zwei- oder dreifachem Durchmesser des Lackdrahtes.

Die technologischen Angaben lackierter Drähte sind in Tabelle 4 gegenübergestellt.

Die Angaben über höchste dauernde Wärmebeanspruchung der mit den geschilderten Lacken isolierten Drähte, sind auf die Isolierungsklassen A und E beschränkt.

Vergleich der Eigenschaften von Lackdrähten,
die mit den Lacken WINIFLEX, METALLVIN und PL-2
isoliert wurden

TABELLE 2

Bezeichnung des Lacktyps	Kupfer- draht ϕ mm	Dicke der Isolier- schicht in mm	Durchbrenn- spannung in Volt	Verschleiß- widerstand	Zahl der Nadel-Durch- gänge	Adhäsion	Anzahl der Punkt- schäden	Relative Dehnbarkeit in Prozent	Widerstand der Isolierung		
									Vor dem Feuch- ten	Relative Luftfeuchtig- keit in Prozenten	
										24 Std.	648 Std.
1	2	3	4	5		6	7	8	9	10	11
Winiflex	0,10	0,02	3000	-		Bei Zer- reißprobe	0	29,2	-	-	-
Metallvin	0,10	0,015	3870	-		u. Stoßbe- lastung	0	23,0	-	-	-
PL-2	-	-	-	-		keiner- lei	0	23,0	-	-	-
						Absplit- tern oder					
Winiflex	0,31	0,03	5330	minimal 50 ⁺ mittel 116		Abblät- tern der	0	31,0	2500	0,15	0,002
Metallvin	0,31	0,03	4800	minimal 54 ⁺ mittel 66		Lack- schicht	0	29,0	2500	0,71	0,001
PL-2	-	-	-	-		festge- stellt	-	-	-	-	-

POOR ORIGINAL

1	2	3	4	5
Winiflex	0,67	0,04	2670	minimal 137 2)
				mittel 152
Metallvin	0,69	0,04	3700	minimal 152
				mittel 302
PL-2	0,72	0,04	2760	minimal 156
				mittel 182

Winiflex	1,0	0,04	5580	minimal 111 3)
				mittel 180
Metallvin	1,16	0,06	5930	minimal 300
				mittel 431
PL-2	0,96	0,08	5240	100

1) Bei Belastung vom 340 Gramm

2) Bei Belastung von 520 Gramm

3) Bei Belastung von 660 Gramm

4) Bei relativer Luftfeuchtigkeit von 80%

6	7	8	9	10	11
26	1	32,0	3100	0,34	0,005
35	1	27	3100	0,04	0,004
24	1	31	3800	0,03	0,001
21	1	36	3700	0,04	0,006
27	1	32	3200	9,6 4)	-

POOR ORIGINAL

Stabilität der Lackdrähte gegen Lösungsmittel,
Durchschlagsspannung und mechanische Festigkeit
nach 24-stündiger Beanspruchung

TABELLE 3

Bezeichnung des Drahtes	Durch- messer des Drahtes in mm	Bei Lieferung		Im Wasser		In Benzin		In Transfor- matoröl		In Benzol		In Spiritus- Toluol-Gemisch	
		Volt	Durch- gänge ^{*)}	Volt	Durch- gänge ^{*)}	Volt	Durch- gänge	Volt	Durch- gänge	Volt	Durch- gänge	Volt	Durch- gänge
PELR	0,93	4500	90	4500	33	4520	43	4760	73	4760	85	2020	1 - 2
PEW-2	0,93	4340	119	4000	74	4400	120	4960	278	2960	130	2820	3 - 4
PEL	0,91	2000	12	2320	10	750	2	1925	7	0	0	0	0

^{*)} Anzahl der Nadeldurchgänge

POOR
ORIGINAL

POOR ORIGINAL

- 13 -

T A B E L L E 4

Technologische Angaben für besonders feste und
für auf Öl basierende Drahtlacke

Draht- durch- messer	Isoliert mit WINIFLEX-Lack				Isoliert mit Lack auf Ölbasis			
	Geschwin- digkeit beim Lak- kieren m/Min.	Zahl der Durch- gänge	Tempera- tur der Lackie- rung °C	Lak- kier- metho- de	Geschwin- digkeit beim Lak- kieren m/Min.	Zahl der Durch- gänge	Tempera- tur der Lackie- rung °C	Lak- kier- metho- de
0,05	20,0	6-7	260+10	Filz	27,5	4	450-550	Dochte
0,07	20,0	6-7	260+10	"	31,0	4	" "	" "
0,10	13,0	7-8	320-390	"	24,5	3	" "	" "
0,15	12,0	5	320-390	"	21,0	3	" "	" "
0,18	12,0	5	320-370	"	19,0	3	" "	" "
0,20	13,5	5	320-370	Kaliber	18,0	4	" "	" "
0,25	13,5	5	320-370	" "	12,5	4	" "	" "
0,29	13,0	5	320-370	" "	12,0	4	" "	" "
0,35	13,0	5	320-370	" "	10,5	4	" "	" "
0,41	12,0	5	320-370	" "	10,5	4	" "	Tauchen
0,51	12,0	6	340+10	" "	7,0	4	" "	" "
0,64	12,5	6	340+10	" "	5,5	4	" "	" "
0,86	11,0	7	370+10	" "	5,5	4	" "	" "
1,00	10,5	7	380+10	" "	8,5:3,3	4	" "	" "
1,16	8,0	8	380+10	" "	8:3,3	4	" "	" "
1,25	7,5	8	380+10	" "	8:3,3	4	" "	" "
1,40	7,5	8	380+10	" "	6,5:3,0	4	" "	" "
1,68	7,0	8	380+10	" "	6:2,0	4	" "	" "
1,88	5	8	380+10	" "	-	4	-	-
2,44	4	10	380+10	" "	-	-	-	-

POOR ORIGINAL

- 14 -

Für stärkere Wärmebeanspruchung werden in der Sowjetunion Drähte hergestellt, die mit Lacken auf Basis organischer Siliziumverbindungen isoliert sind.

Derartige Lacke, die eine Verwendung der Drähte bei Temperaturen bis zu 180° C gewährleisten für eine Dauer von mindestens 1000 Stunden, finden in der Hauptsache in der Drahtfabrikation für Widerstände (Nichrom, Manganin und andere Legierungen) mit geringen Durchmessern von 0,04 bis 0,25 mm.

Zu den Nachteilen der mit organischen Siliziumverbindungen isolierten Lackdräht gehört eine sehr geringe mechanische Festigkeit der Isolierschicht, Thermoplastizität und besonders Lackstabilität.

Infolgedessen werden in der Sowjetunion derartige Drähte mittlerer und grösserer Stärke mit Lackschicht auf Basis organischer Siliziumverbindungen praktisch nur mit zusätzlicher Schutzisolierung aus Glasfasermwicklung hergestellt.

Gegenwärtig werden in Laboratoriumsmaßstab Versuche zur Anwendung von Fluoräthylpolymeren durchgeführt, die noch nicht genügend entwickelt sind.

034112.57/1-15 (4)

POOR ORIGINAL

- 15 -

S C H L U S S F O L G E R U N G E N

In der Sowjetunion werden Lackdrähte im Industriemaßstab hergestellt, die mit Lacken auf Ölbasis und mit Lacken auf Polyvinylacetat-harz-basis und Polyamidharzbasis isoliert sind.

In der Weiterentwicklung der Lackdrahtproduktion wird der auf Drähte mit besonders fester synthetischer Isolierung stetig erhöht.

Es werden Drähte mit Lackisolierung auf der Basis organischer Siliziumverbindungen hergestellt.

Das Hauptanwendungsgebiet der Lacke auf Basis organischer Siliziumverbindungen ist das Isolieren von Drähten für Widerstände, Durchmesser 0,03-0,25mm ohne zusätzliche Faserschutzschicht und von Drähten mit grösserem Durchmesser und zusätzlicher Umwicklung mit Glasfaser.

Es wäre zweckmässig, die weitere Arbeit auf die Entdeckung von Drähten mit wärme-festerer Lackierung auszurichten.

Auf dem Gebiet der Technologie wäre es zweckmässig, die Arbeiten in folgender Richtung fortzuführen:

- a) Ausarbeitung von Lacken mit ungiftigen Lösemitteln;
- b) Ausarbeitung von Lacken mit höherem prozentualen Anteil an Trockensubstanz.
- c) Ausarbeitung von Lacken, die beim Isolieren der Drähte weniger Arbeitsgänge erfordern.

50:115.57/1-15 (4)

19

POOR ORIGINAL

50X1-HUM 27

A. W. Trabsky
Ministerium der Elektroindustrie der UdSSR

Die Herstellung und Anwendung von Glimmerpapier
in der UdSSR

Die Produktion von Glimmerpapier in der UdSSR trägt vorläufig noch experimentellen Charakter. Die organisierte Versuchs-Produktion des Papiers muß für die Durchführung von Arbeiten zur weiteren Vervollkommnung der technologischen Prozesse und Verbesserung der Konstruktion einzelner Aggregate ausgenutzt werden. Die Durchführung dieser Arbeiten wird es im weiteren gestatten, den optimalen Produktionsprozess des Glimmerpapiers durchzuarbeiten, seine Güte zu erhöhen und den quantitativen Umfang des Ausstoßes zu steigern.

I. Die Technologie der Produktion
von Glimmerpapier

a) Anzuwendender Rohstoff

Als Rohstoff für die Herstellung von Glimmerpapier dienen die bei der Reinigung, beim Zupfen und Pressen der Glimmerkristalle sich ergebenden Fabrikabfälle an Glimmer-Muskovit. Entsprechend den bestätigten technischen Bedingungen müssen diese Abfälle folgenden hauptsächlichsten Bedingungen entsprechen:

Fläche der Kristalle - von 1,0 x 1,0 cm bis 5,0 x 5,0 cm;

Dicke - von 0,2 mm bis 1,0 mm

Zulässige Gesteinsmenge - bis 1 %

Im weiteren ist die Durchführung von Arbeiten zur Ausnutzung der Erzabfälle von Muskovit und hydratisiertem Glimmer "Flogopit" vorgesehen. Vor ihrer Verwendung durchlaufen die Glimmerabfälle eine Reinigung zwecks Entfernung von Glimmergrus, Fremdkörpern und Gestein, die mit den Glimmerabfällen vermischt sind.

POOR ORIGINAL

- 2 -

b) Wärmebehandlung des Glimmers

Das Brennen des Glimmers erfolgt bei einer Temperatur von $750 - 800^{\circ}\text{C}$ in der Zeit von 25 - 30 Minuten. Beim normalen Brennen zerfallen die gequollenen, weichen Kristalle, die ca. 50 % des in ihnen enthaltenen Wassers verloren haben, leicht in Elementar-Schichten.

Die Ofenbeschickungsanlage für Glimmer besteht aus einem Bunker, in den der vorher vorbereitete Glimmer geschüttet wird, und dem Becherförderer, der den Glimmer auf den Brennofenförderer transportiert. Der Bunker ist mit einem Federverschluß versehen, der sich beim Durchgang des Bechers öffnet und dann schließt, ohne daß der Glimmer verstreut werden kann. Die Menge des dem Ofen zuzuführenden Glimmers wird durch die Bandgeschwindigkeit des Becherförderers geregelt, der durch einen Gleichstrommotor angetrieben wird.

Die Anlage zum Brennen des Glimmers ist ein Fließband-Elektroofen, dessen Transportband aus gepreßten hitzebeständigen Stahlgliedern zusammengesetzt ist.

Zur Verhütung der Verstreuerung des Glimmers ist das Band mit vertikalen Rändern versehen.

Die Ofendurchgangszeit des Glimmers wird durch die Bandgeschwindigkeit geregelt. Die Dicke der Glimmerschicht auf dem Band beträgt 30 - 35 mm.

Zur Verringerung des Ansaugens von Kaltluft ist der Austragkasten mit einem Wasserverschluß versehen. Der Verschluß stellt eine Kammer dar, die eine regelbare spaltartige Öffnung hat, durch die unter Druck ein flacher Flüssigkeitsstrahl gelangt, der die innere Fläche des Entleerungskastens beseitigt.

Ein derartiger Strahl läßt frei den aus dem Ofen fallenden Glimmer durch, hemmt jedoch den Durchgang von Luft in den Ofen.

- 3 -

POOR ORIGINAL

- 3 -

c) Bearbeitung mit Sodalösung

Aus dem Brennofen durch den Austragkasten gelangt der Glimmer auf den Förderer des Apparates für die Soda-bearbeitung des Glimmers.

Die perforierten Becher des Förderers bewegen sich, untergetaucht in die mit Sodalösung angefüllte Wanne. Beim Austritt aus der Wanne werden die Becher in schräggestellten Führungen gehoben und nach Umlaufen eines Kettensterns gekippt; hierbei gelangt der Glimmer auf den Querbandverteiler, auf dem das Abdrücken der überschüssigen Sodalösung vorgenommen werden kann. Vom Verteiler wird der Glimmer in einen der zwei Säureapparate abgeworfen. Die Wanne wird mit Hilfe einer Pumpe mit Sodalösung gefüllt, die aus dem Sodazubereitungsbehälter einläuft.

Die Konzentration der Soda in der Lösung beträgt 2,5 - 3 %. Die Sättigungszeit des Glimmers in der Lösung beträgt 3 - 5 Minuten.

d) Säurebehandlung des Glimmers

Die Behandlung des Glimmers erfolgt in einer 1-%igen Konzentration; Dauer der Säurebehandlung - 30-40 Min.; Konzentration der verbrauchten Säure - nicht unter 0,2 %. Konzentration bei der Säurebehandlung mit Glimmer - 8 - 10 %. Umlaufgeschwindigkeit des Rührwerkes - 3 Umdrehungen pro Minute.

Der Säureapparat ist ein horizontaler, gummierter Stahlzylinder, in dessen Innerem sich langsam ein Rotor mit Schaufeln zur Durchmischung und einem Schöpfrad zur Ausgabe des behandelten Glimmers dreht.

Mit Hilfe des Bandvertellers wird der Glimmer aufwechselnd bald dem einen, bald dem anderen Säureapparat zugeführt.

Gleichzeitig mit dem Glimmer wird durch ein automatisch gesteuertes Ventil Säurelösung zugeführt. Nach Ablauf einer bestimmten vorher angegebenen Zeit öffnet sich

- 4 -

POOR ORIGINAL

- 4 -

das Ventil, die Pumpe, die Säurelösung in den Behälter pumpt, wird ausgeschaltet, und die Zufuhr von Säure in den Säureapparat hört auf. Nach einer bestimmten vorher aufgegebenen Zeit des Prozesses der Säurebehandlung spricht automatisch ein Druckluftmechanismus an, der die Verschlussklappe verschiebt; hierbei wird der säurebehandelte Glimmer auf eine Schurre weitergeleitet.

Gleichzeitig öffnet sich ein automatisches Ventil, das Wasser auf die Schurre leitet, wodurch der Glimmer in den "Hydrospalter" fortgeschwemmt wird. Die automatische Steuerung erfolgt durch ein Komandogerät. Dieses Komandogerät läßt nach einem vorher aufgegebenen Programm Luft in die Schaltzylinder der Ventile und Mechanismen für die Ausgabe des Glimmers, schaltet den Pumpenmotor ein und reversiert den Motor des Bandverteilers. Durch die Anwendung von zwei Säureapparaten und dem Fließbandverteiler in Verbindung mit der automatischen Steuerung ist die Aufgabe der Kontinuierlichkeit des Prozesses bei verhältnismäßig langem Durchlauf (30 - 50 Min) des Glimmers durch den Säureapparat gelöst.

e) Die Aufspaltung des Glimmers

Der thermochemisch bearbeitete Glimmer durchläuft die Aufspaltung in einem speziellen Gerät ("Hydrospalter"). Die abgespaltenen Glimmerschuppen der nötigen Abmessung werden ununterbrochen, im Maße ihrer Bildung, aus dem durchzumischenden Inhalt entfernt.

Die kurze Zeit des Verbleibens der Glimmerschuppen im durchzumischenden Inhalt gestattet die Anwendung einer Durchmischungsgeschwindigkeit bis zu 100 - 150 Umdrehungen pro Minute. Die Betriebskonzentration der Masse im Gerät (mit Glimmer) beträgt 2,5 - 3 %. Das Gerät zur Aufspaltung ist ein vertikaler, gummierter Stahlzylinder mit eingefügtem zylindrischen Netz, in dessen Innerem sich eine vertikale Welle mit Schaufeln dreht. Der untere konische Teil im Gerät ist mit einem Auswerferventil zur Entfernung des nicht abgespaltenen Glimmers versehen. Der eingehende Glimmer, der in das rotierende flüssige Mittel gelangt, wird in

- 5 -

POOR ORIGINAL

- 5 -

dünnste Plättchen aufgespalten, die durch die Netzmaschen in den das Netz umgebenden ringförmigen Raum gelangen und aus dem Spaltgerät ausgeschieden werden.

Zur bequemen Auswechselung des im sauren Mittel oder im Spülbad arbeitenden Netzes kann das Gehäuse des Gerätes ohne Deckel an Drahtseilen durch eine Winde in die Grube abgesenkt werden, wobei der auf dem Rahmen montierte Antrieb unbewegt bleibt.

f) Das Abscheiden der sauren Wässer und das Auswaschen des Glimmers

Das Abscheiden der abgespaltenen Glimmerblättchen von sauren Wässern und ihr Auswaschen erfolgt auf einem Band-Vakuumfilter. Als Filter ist ein säurebeständiges Chlorgewebe gebräuchlich. Die Bandgeschwindigkeit beträgt 4,5 m pro Minute, das Vakuum 250 - 300 mm. Die Konzentration der zuzuführenden Masse beträgt 2,5 - 3 %, die Konzentration der ausgepressten Masse - 35 bis 40 %. Der Vakuumfilter ist ein Bandförderer, dessen kontinuierliches Band aus einem speziellen Rippenprofil des Gummis ausgeführt ist. Auf die Rippen des Gummis ist ein Spezial-Filtergewebe aufgespannt. Das Gummiband ist mit Öffnungen versehen und gleitet über Kästen, die durch Rohrleitungen mit den Rezipienten verbunden sind, in denen das Vakuum unterhalten wird.

Auf diese Art und Weise bleibt der Glimmer auf dem Gewebe und die Säurelösung wird durch das Gewebe in den Raum zwischen den Gummirippen und dem Gewebe und weiter in den Rezipient gelenkt. Das Abpumpen der Flüssigkeit aus dem Rezipient geschieht durch eine Spezial-Kreiselpumpe, deren Kammer an das Vakuumsystem angeschlossen wird, wodurch das kontinuierliche Abpumpen der Flüssigkeit aus dem unter Vakuum stehenden Rezipienten ermöglicht ist. Der Vakuumfilter läßt die Möglichkeit des zusätzlichen Auswaschens des Glimmers zu; zu diesem Zweck sind unter dem Band zwei Vakuum-Kästen aufgestellt, deren jeder mit seinem Abpump-

- 6 -

POOR ORIGINAL

- 6 -

system verbunden ist. In diesem Fall werden die Kammern durch ein Ventil getrennt und eine zusätzliche Wassereinspritzung eingeschaltet.

Das System der Ventile gestattet es, die abgepumpte Säurelösung zurück in die Säureaufbereitung oder in die Kanalisation zu leiten.

Im Falle der Anwendung des zusätzlichen Auswaschens ist ein Arbeitsschema möglich, bei dem die Flüssigkeit aus der ersten Kammer in die Säureaufbereitung und aus der zweiten Kammer in die Kanalisation geleitet wird. Indem man die Bandgeschwindigkeit ändert, kann man die Dicke der Glimmerschicht im Prozess der Filtrierung ändern.

g) Die Dosierung und Reinigung der Glimmertrübe

Der im Vakuumfilter abgewaschene Glimmer wird über die Rinne in das Mischbecken gespült, das mit einem Schaufelmischer ausgerüstet ist. Das Mischbecken ist ein Zwischenbehälter, aus dem die Glimmermasse in eines der zwei Schöpfbecken übergeleitet wird. Das Schöpfbecken hat einen Schaufelmischer und ein Schöpfrad für die Überleitung der Glimmertrübe in die Rinne. Das Misch- und die Schöpfbecken sind aus Eisenbeton, der von der Innenseite mit einer speziellen säurefesten Auskleidung bedeckt ist.

In der Rinne erfolgt die Verdünnung der Glimmerpulpe durch Rücklaufwasser, das von der Papiermaschine zurückfließt. Die verdünnte Masse rinnt über die Rinne in den Knotenfänger. Das ist ein Schüttelsieb aus perforiertem, rostfreiem Stahlblech, durch das der Glimmer mit dem nötigen Spaltungsgrad hindurchgeht und der gröbere aufgehalten wird.

Aus dem Knotenfänger kann die Glimmermasse in einen der beiden Kanäle geleitet werden:

1. unmittelbar in den Druckkasten
2. über die Pumpe, den Hydrozyklon und den Flußberuhiger in den Druckkasten.

- 7 -

POOR ORIGINAL

- 7 -

Im Hydrozyklon wird dem Flüssigkeitsstrahl eine spiralförmige Bewegung gegeben, bei der aus der Glimmerpulpe kleine schwere Teilchen herausfallen und sich am Boden ablagern, die mit dem Glimmer durch den Knotenfänger gelangt sind. Die Reinigung der Klärgrube des Hydrozyklons erfolgt periodisch. Aus dem Druckkasten gelangt die gereinigte Masse in die Wannen der Papiermaschine.

h) Das Abgießen und Trocknen des Papiers

Auf der Rundsiebmaschine erfolgt das Abgießen der Masse auf das zylindrische Phosphorbronze-Sieb der in der Wanne rotierenden Trommel. Das Wasser geht durch das Sieb in das Innere der Trommel, während die Glimmermasse auf der Trommeloberfläche abgegossen wird.

Die abgegossene Glimmerpapierschicht wird von der Trommel in Bandform auf ein endloses Tuch abgenommen, im Vakuumkasten entwässert und danach in der Presse abgedrückt. Für die Abnahme des Glimmerpapierbandes vom ersten Tuch wird unter die obere Welle der Presse ein endloses Abnahmetuch geführt, auf dem das Papierband ein zusätzliches Abdrücken mit Hilfe der nächsten Presse erfährt. Weiterhin wird das Papierband an die heiße Oberfläche des Trockenzylinders angedrückt und haftet daran fest.

Für die Endtrocknung des Glimmerpapierbandes ist ein zusätzlicher Trockenzylinder angebracht. Die Trockenzylinder sind mit Hilfs-Trockentüchern versehen. Das ausgetrocknete Papier wird in Rollen aufgewickelt. Um erforderlichenfalls Papier auf Unterlage in Form von Mikabandpapier, Glasgewebe, Seidengewebe usw. zu erhalten, wird die entsprechende Unterlage vom Halbzeug unter die obere Welle der Presse oder auf das Tuch vor dem Vakuumkasten geführt. Zur Erhöhung der Beständigkeit des Papiers gegen Einwirkung von Lösungsmitteln und Lacken werden in die Pulpe vor dem Abgießen des Papiers Zuschläge in Form von organischen Siliziumharzen und Verbindungen der Melamin-Formaldehydharze, Latex und anderen in einer Menge von 2 - 3 % eingeführt.

- 8 -

POOR ORIGINAL

- 8 -

1) Güte des Glimmerpapiers

Das erzeugte Glimmerpapier hat folgende Charakteristiken:

1. Dichte	g/cm ³	1,6 - 1,9
2. Feuchtigkeit	%	0,5
3. Verluste beim Glühen	%	1,0
4. Zerreifestigkeit	kg/mm ²	1,8 - 2,5
5. Druckfestigkeit	mm Quecks. Säule	150
6. Elastizität	Zahl der Biegungen	60-70
7. Elektr. Festigkeit	KV/mm	25-30

II. Glimmer-Elektroisolierstoffe

Auf der Basis des Glimmerpapiers in Verbindung mit verschiedenen Bindemitteln und Unterlagen werden folgende Isolierstoffe hergestellt:

- a) Kollektor-Glimmer
- b) Zwischenlagen-Glimmer
- c) Form-Glimmer
- d) Biegsamer Glimmer
- e) Glimmerfolie
- f) Glimmerbänder

a) Kollektor-Glimmer

Kollektor-Glimmer ist ein Blattmaterial, hergestellt aus Glimmerpapier, das mit Glyptal- oder Epoxylack getränkt ist mit anschließender Pressung bei Erhitzung.

Das Tränken des Papiers erfolgt mit Lack einer 8 - 10%igen Konzentration.

Der Kollektorglimmer wird einem zweimaligen Pressen unterzogen.

Erstes Pressen im Anfangsstadium bei einer Temperatur von 80 - 100°C und einem spezifischen Druck von 65 kg/cm² im Verlauf von 30 Minuten und im Endstadium bei einer Temperatur von 150 - 160°C und einem spezifischen Druck von 180 kg/cm² im Verlauf von 60 Minuten. Die Abkühlung erfolgt unter Druck.

Nach dem ersten Pressen wird der Glimmer der Kalibrierung durch Schleifen auf die vorgegebene Größe unterzogen.

- 9 -

POOR ORIGINAL

- 9 -

Zweites Pressen im Anfangsstadium bei einer Temperatur von $150 - 160^{\circ}\text{C}$ und einem spezifischen Druck von 180 kg/cm^2 und im Endstadium bei $T \ 150 - 160^{\circ}\text{C}$ und spezifischem Druck von 500 kg/cm^2 im Verlauf von 5 Minuten.

Der Kollektor-Glimmer hat folgende Charakteristiken:

1. Dicke des Glimmers $0,4 - 1,5 \text{ mm}$ mit durchschnittlichen Dicketoleranzen $\pm 0,03 \text{ mm}$ bei einer Dicke bis $0,8 \text{ mm}$ und $\pm 0,04 \text{ mm}$ bei einer Dicke von $0,3 - 1,5 \text{ mm}$.
2. Die Menge der Bindemittel übersteigt nicht 10% .
3. Glimmermenge - nicht unter 90% .
4. Die Schrumpfung bei 20°C mit Erhöhung des Druckes bis 600 kg/cm^2 sowie bei einem Druck von 600 kg/cm^2 mit Erhöhung der Temperatur von 20°C bis 160°C darf entsprechend nicht mehr als 9% und $2,5 \%$ betragen.

Bei der Prüfung auf Schrumpfung ist ein Heraustreten des Glimmers aus dem Bindemittel nicht zugelassen.

5. Die durchschnittliche elektrische Festigkeit darf nicht weniger als 18 KV/mm betragen.
6. Die Schichtenspaltbarkeit beim Schneiden darf nicht höher als 5% sein.

b) Zwischenlagen-Glimmer

Der Zwischenlagen-Glimmer wird aus Glimmerpapier hergestellt, das mit Epoxy- oder Glyptallack getränkt ist mit anschließender Pressung unter Erhitzung. Der Zwischenlagen-Glimmer, der in einer Dicke von $5 - 20 \text{ mm}$ hergestellt wird, kann als Konstruktionsmaterial für Spezialzwecke verwandt werden.

Das Tränken des Papiers erfolgt mit Lack einer 30% igen Konzentration.

Der Zwischenlagen-Glimmer hat folgende Charakteristiken:

- | | |
|--------------------------|------------------------|
| 1. Dicke der Blätter | $0,5 - 20 \text{ mm}$ |
| 2. Menge der Bindemittel | $30 - 40 \%$ |
| 3. Glimmermenge | $60 - 70 \%$ |
| 4. Spezifisches Gewicht | $2,2 - 2,3 \%$ |
| 5. Biegefestigkeit | 3000 kg/cm^2 |

- 10 -

POOR ORIGINAL

- 10 -

- | | |
|--|--------------------------|
| 6. Belastung bei Absplitterung | 110 kg |
| 7. Spezif. Schlagzähigkeit | 22 kg cm/cm ² |
| 8. Durchschnittliche Durchschlagsintensität des elektr. Feldes - | nicht unter 20 KV/mm |

c) Form-Glimmer

Form-Glimmer wird aus Papier hergestellt, das mit einer 25%igen Lösung von Schellack, Glyptal- oder organischem Silizium-Lack getränkt ist.

Das Pressen des getränkten Papiers geschieht nach folgendem Regime:

Durchhitzen in geschlossenen Platten im Prozess ohne Druck bei einer Temperatur von 150 - 160°C - 30 Minuten.

Ablassen der flüchtigen Bestandteile und nachfolgendes Pressen bei einer Temperatur von 150 - 160°C und einem spezifischen Druck von 10 - 15 kg/cm² im Verlauf von 5 Minuten.

Der Form-Glimmer hat folgende Charakteristiken:

1. Dicke - von 0,2 bis 1,0 mm mit durchschnittlichen Toleranzen $\pm 0,03$ und $\pm 0,05$ mm.
2. Bz. demittelgehalt 20 - 30 %.
3. Durchschnittliche elektrische Festigkeit in Abhängigkeit von der Dicke - 20-30 KV/mm.
4. Dieser Glimmer läßt sich gut in Erzeugnisse schwieriger Formgebung bei 70 - 90°C formen.

d) Biegsamer Glimmer

Der biegsame Glimmer ist ein Blattmaterial, das aus Glimmerpapier auf der Unterlage von Mikabandpapier oder Glasgewebe mit Hilfe von Bitumen-Öl- oder Glyptal-Öllack hergestellt ist, oder aus ihren Mischungen mit nachfolgendem Pressen bei Erhitzung.

Das Glimmerpapier auf dieser oder jener Unterlage geht nach dem Lacktränken durch die Trockenkammer, wo es der Trocknung bei einer Temperatur von 120°C unterzogen wird.

- 11 -

POOR ORIGINAL

- 11 -

Nach Verlassen der Trockenkammer wird das Glimmerpapier in Blätter zerschnitten, aus denen ein Paket Halbzeuge für das Pressen zusammengenommen wird.

Für die Herstellung des biegsamen Glimmers einer Diode von 0,2 und 0,25 mm werden 2 Blatt getränktes Glimmerpapier zusammengelegt - mit dem Glimmer nach innen und der Unterlage nach außen. Für die Herstellung des biegsamen Glimmers großer Dicke werden zwischen zwei Blatt Glimmerpapier auf Unterlage eine oder einige Schichten getränktes Glimmerpapier ohne Unterlage eingelegt. Das Pressen der Halbzeuge erfolgt bei einer Temperatur von 110°C für Glyptal-Öllack und 70°C für Bitumenlack. Nach dem Durchhitzen zwischen den Platten der Presse im Verlauf von 30 Minuten werden die Platten der Presse zur Entfernung der flüchtigen Bestandteile geöffnet und das Pressen 5 Minuten lang bei einem spezifischen Druck von 10 kg/cm² durchgeführt.

Der biegsame Glimmer hat folgende Charakteristiken:

1. Blattdicke - von 0,15 bis 0,5 mm. Zulässige durchschnittliche Abweichung bei einer Dicke von 0,15 - 0,25 mm $\pm$ 0,03 mm und bei einer Dicke von 0,3 - 0,5 mm $\pm$ 0,05 mm; in einzelnen Punkten entsprechend $\pm$ 0,05 und $\pm$ 0,1 mm.
2. Glimmergehalt - nicht unter 45 %, Bindemittel - 20 - 30 %, flüchtige Bestandteile - nicht über 5 %.
3. Elektrische Festigkeit nicht unter:
für Diode 0,15 mm - 15 KV/mm.
für Dicke 0,2 - 0,5 mm - 25 KV/mm.

e) Hitzebeständige, biegsame und Form-Glasglimmer

Hitzebeständige Glasglimmer werden auf speziellen organischen Silizium-Lacken (K-40 und K-43a) hergestellt und haben ein Glasgewebe-Unterlage.

- 12 -

POOR ORIGINAL

- 12 -

Das getränkte Glimmerpapier wird mit getränktem Glasgewebe zusammengeleimt und durchläuft das Trocknen bei einer Temperatur von 130°C 10 - 15 Minuten lang, Die Halbzeugpakete werden 30 Minuten lang, bei $150 - 160^{\circ}\text{C}$ bei geschlossenen Platten gepreßt.

Nach Entweichen der Gase erfolgt das Pressen bei 15 kg/cm^2 10 Minuten lang und das Abkühlen des Pakets.

Die hitzebeständigen Glimmer haben folgende Charakteristiken:

1. Dicke $0,1 - 0,25 \text{ mm} \pm 0,025 \text{ mm}$
 $0,3 - 0,5 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$
 in einzelnen Punkten $\pm 0,05$ und $\pm 0,1 \text{ mm}$.
2. Menge der organischen Bindemittel 25 - 35 %.
3. Durchschnittliche elektrische Festigkeit:
 im Ausgangszustand nicht unter 20 KV/mm ,
 nach 25 Std. Erhitzung bei 200°C - nicht unter 10 KV/mm .
4. Spezifischer Volumenwiderstand:
 im Ausgangszustand - nicht unter $10^{13} \text{ Ohm} \times \text{cm}$
 nach 48 Std. Befeuchtung bei $95 \pm 3 \%$ relativer
 Feuchtigkeit - nicht unter $10^9 \text{ Ohm} \times \text{cm}$.

f) Glimmerbänder

Glimmerband ist ein Material, hergestellt aus Glimmerpapier, das von zwei Seiten mit Mikabandpapier (Glimmerband) beklebt ist, oder mit Glasgewebe (Glasglimmerband), oder von einer Seite mit Glasgewebe und der anderen Seite mit Mikabandpapier (Glas-Bitumen-Glimmerband) mit Hilfe von Öl-Bitumen-, Glyptal-Öl- oder organischen Silizium-Lacken.

Glimmerbänder aller Arten werden in trockener und ungetrockneter Form hergestellt.

Glimmerband hat folgende Charakteristiken:

1. Nominale Dicke $0,1; 0,13$ und $0,17 \text{ mm}$ mit durchschnittlichen Abweichungen $\pm 0,01$ und $\pm 0,02 \text{ mm}$ und in einzelnen Punkten $\pm 0,02$ und $\pm 0,03 \text{ mm}$.

- 13 -

POOR ORIGINAL

- 13 -

2. Glimmergehalt - nicht unter 40 %.
3. Die Bänder müssen biegsam sein bei Zimmertemperatur und ihre Biegsamkeit 60 Tage lang bewahren.
4. Zugfestigkeit für Papierunterlage 2 kg/mm^2 und für Glasunterlage $- 5 \text{ kg/mm}^2$.
5. Elektrische Festigkeit für Glimmerband nicht unter 20 KV/mm und für Glasglimmer $- 15 \text{ KV/mm}$.

g) Glimmerfolie

Glimmerfolie stellt ein Rollenmaterial dar. Es besteht aus einer oder mehreren Schichten untereinander und mit Papier geleimten Glimmerpapiers oder aus von einer Seite mit Glimmerpapier bedecktem Glasgewebe.

Als Klebemittel werden Glyptal-, Schellacke oder organische Silizium-Lacke verwandt.

Die lackierte Unterlage und eine oder mehrere Schichten lackierten Glimmerpapiers gehen durch die bis 100°C erhitzten Walzen und verleimen sich miteinander. Beim Durchgang durch die Lackieranlage wird die obere Schicht des Glimmerpapiers mit Lack bedeckt, der beim folgenden Durchgang durch die Trockenkammer angetrocknet wird.

Glimmerfolie hat folgende Charakteristiken:

1. Dicke $0,1$ und $0,15 \text{ mm}$ mit einer Toleranz $\pm 0,02 \text{ mm}$
 $0,2$ und $0,25 \text{ mm}$ " " " $\pm 0,03 \text{ mm}$
2. wird geformt bei $70 - 90^\circ\text{C}$.
3. Elektrische Festigkeit (Mittelwert) bei einer Unterlage aus Glasgewebe $- 10 \text{ KV/mm}$ und bei einer Unterlage aus Papier $- 12 \text{ KV/mm}$.

Zum Schluß sei bemerkt, daß sich die neuen Glimmerstoffe im Stadium der Bearbeitung und betrieblichen Prüfung befinden.

Übersetzung: Born VEB EAW

POOR ORIGINAL

(20.)

Herstellung von Epoxydharzen,Entwicklungsstand 50X1-HUM

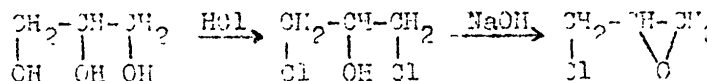
von Dr. H. Jahn

Laboratorium für Kunststoffe
der Deutschen Akademie der Wissenschaften zu Berlin1. Rohstoffe und chemischer Aufbau

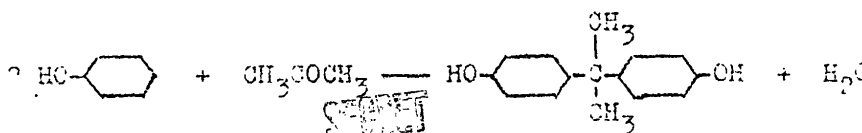
Die Epoxydharze werden durch alkalische Kondensation von Dichlorhydrin mit aromatischen Dioxyverbindungen speziell Dioxydiphenylpropan gewonnen und sind aromatisch-aliphatische Polyäther mit mittelständiger sekundären Hydroxylgruppen und endständigen Epoxygruppen.

1.1 Epichlorhydrin

Epichlorhydrin ist durch Chlorierung und Alkalibehandlung Glycerin oder Dichlorhydrin, aus Propylen über Allylchlorid oder aus Acetylen über Allylalkohol zugänglich. In der VEB Leuna-Werke erfolgt die Epichlorhydrin-Gewinnung auf Glycerinbasis in Leuna-Werken.

1.2 Dioxydiphenylpropan (Dian)

Das Dian wird durch Umsetzung von Phenol mit Aceton in VEB Leuna-Werke und in VEB Farbenfabrik Wolfen dargestellt.

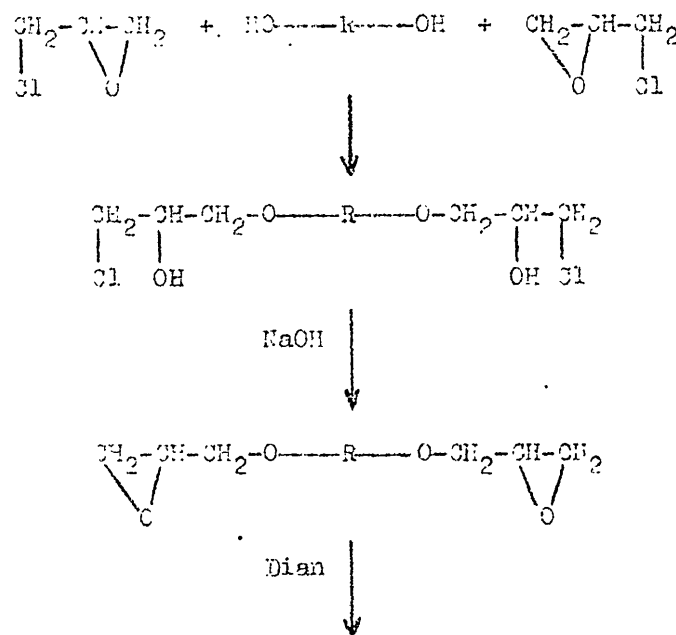


POOR ORIGINAL

- 2 -

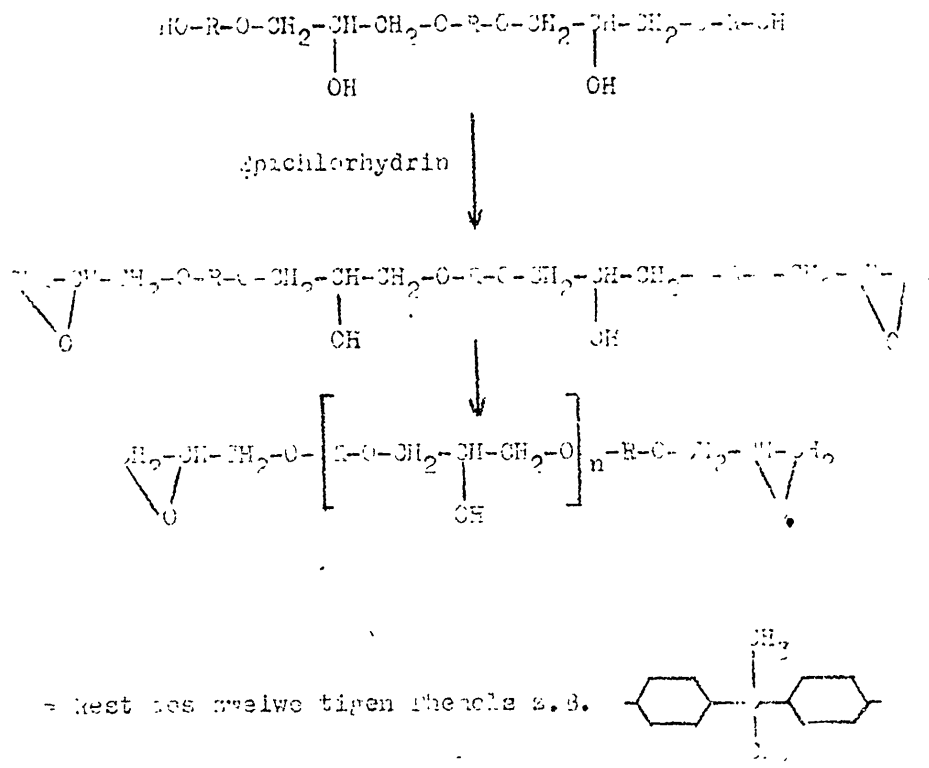
1.3 Chemischer Aufbau

Bei der Umsetzung zweiwertiger Phenole mit Epichlorhydrin erfolgt zunächst unter Aufspaltung des Epoxydrings Addition des Phenol-Wasserstoffs an den Epoxyd-Sauerstoff und des Epichlorhydrin-Rests an den Phenol-Sauerstoff. Aus dem so gebildeten Dian-diglycerinchlorhydrin-Äther entsteht unter Chlorwasserstoff-Abspaltung im alkalischen Medium Dian-diglyceridäther. Durch Addition von zwei weiteren Dian-Molekülen an die Epoxydgruppen des Äthers werden unter Ringaufspaltung zwei neue Ätherbindungen erzielt und gleichzeitig zwei alkoholische Hydroxylgruppen gebildet. Die hierbei nicht in Reaktion tretenden phenolischen Hydroxylgruppen des Dians reagieren dann wie bereits beschrieben mit Epichlorhydrin. Auf diese Weise entstehen durch abwechselnde Kondensation und Addition lineare Dian-glyceran-polyäther, deren sekundären Hydroxylgruppen nicht veräthert sind und die an den Enden des Molekls Epoxydgruppen tragen.



POOR ORIGINAL

- 3 -



Epoxydharze haben relativ niedermolekulare Mischungen der Polymerpolyether mit $n = 0$ bis 10 vor. Entgegen der angegebenen Formel entfallen in der Praxis jedoch in allen Fällen auf ein Moleköl nur 1,5 bis 1,9. Zur Erklärung dieses Sachverhalts muß angenommen werden, daß an die Stelle der Epoxydgruppen teilweise Chlorhydrin- oder Glykol-Gruppierungen treten.

2. Herstellung und Eigenschaften der Epoxydgrundharze

Durch Untersuchung der Abhängigkeit der erhaltenen Eigenschaften von den Reaktionsbedingungen wurden Verfahren zur kleintechnischen Herstellung von Epoxydharzen verschiedenen Molekulargewichts entwickelt (Tabelle 1). Die in der Tabelle

7 Epoxydgruppen je Mol.

POOR ORIGINAL

- 4 -

wie auch nachstehend angegebenen Typen tragen Versuchsbezeichnungen des Laboratoriums für Kunststoffe (LFK).

Die Epoxydharz-Herstellung im 10kg-Maßstab erfolgt im LFK in elektrisch beheizten 50 l-Hängegefäßen (Bild 1 und 2).

2.1 Epoxydharze mittleren Molekulargewichts (AG-1)

1 Mol Dian wird in 2 Mol 10%iger wässriger Natronlauge gelöst und nach Erwärmung auf 60°C werden 2 Mol Epichlorhydrin in einem Guß zugefügt, was ein Ansteigen der Temperatur auf 95°C zur Folge hat. Nach 20 Min. wird die Reaktion durch Neutralisation mit 10%iger Essigsäure abgebrochen, das entstandene Harz 5 mal je 20 Min. mit heißem Wasser ausgewaschen und durch Erwärmung im Vakuum entwässert.

2.2 Epoxydharze höheren Molekulargewichts (AG-2, AG-3)

Durch Verringerung der auf 1 Mol Dian entfallenden Epichlorhydrin-Menge (maximal bis zum Verhältnis 1:1) kann das Molekulargewicht beträchtlich erhöht werden.

Ein anderes Verfahren entspricht in den angewandten Mengen und der Reaktionsverlauf völlig dem unter 2.1 beschriebenen Verfahren. Der Epichlorhydrin-Zusatz erfolgt jedoch nicht in möglichst kurzer Zeit, sondern im Verlauf von 5 bis 8 Min. Nach 20 Min. wird dann die Reaktion abgebrochen, das Harz 3 bis 10 mal gewaschen und anschließend entwässert.

2.3 Epoxydharze niedrigen Molekulargewichts (AG-10)

1 Mol Dian wird in 3 Mol Epichlorhydrin gelöst, auf 30°C erwärmt und mit 2 Mol 20%iger wässriger Natronlauge im Verlauf von 2,5 bis 3 Std. versetzt. Dabei darf der pH-Wert nicht über 10 ansteigen. Anschließend wird die wässrige Phase abgetrennt und der Epichlorhydrin-Überschuß im Vakuum abdestilliert. Es werden 5,5 bis 6 Mol Epichlorhydrin zurückerhalten.

Das auf diese Weise gewonnene Epoxydharz weist noch einen Gehalt an organisch gebundenem Chlor von 5% auf. Durch Nachbe-

POOR ORIGINAL

- 5 -

handlung mit der berechneten Menge wässriger n-Natronlauge in 3 Stb. bei 50 bis 90°C, Abtrennen der wässrigen Schicht, Neutralisation mit n-Bessigsäure, 5-maliges Waschen und Entwässern werden Epoxydharze mit verschwindend geringem Chlorgehalt erhalten.

2. Eigenschaften der ungeschalteten Epoxydgrundharze

Die durchschnittlichen Eigenschaften der nach 2.1 bis 2.3 hergestellten Epoxydharze sind in Tabelle 1 zusammengefasst. Das Epoxydharz AG-1 ist ein hochviskoses, bei Raumtemperatur festes Glasfaser mit einem Bruchtemperaturpunkt zwischen 30 und 40°C. Es ist im Verarbeitungszustand bei 130 bis 140°C sehr dünnflüssig, so dass an Gießling alle Oberflächenkonturen der Form gut abgebildet sind. Epoxydharz AG-10 ist bei Raumtemperatur zähflüssig, und im Verarbeitungszustand dünnflüssiger als AG-1. Epoxydharz AG-3 ist fest und pulverisierbar. Es wird als Grundharz für Bindemittel und Lacke eingesetzt.

3. Entwickelte Epoxydharztypen

Die Epoxydgrundharze weisen für verschiedene Anwendungen, insbesondere für die Verarbeitung bei Temperaturen unter 100°C, eine unzureichend hohe Viskosität auf. Durch Zusatz sogenannter reaktionsfähiger Verdünnungsmittel konnte eine beträchtliche Viskositätserniedrigung erreicht werden. Als reaktionsfähige Verdünnungsmittel werden Flüssigkeiten aufgefasst, die mit dem Epoxydharz verträglich sind, auf Grund ihres charakteristischen Aufbaues bei der Hartung mit der Harz reagieren und in die ausgehärtete Harzmatrix eingebaut werden. Für diesen Zweck werden u.a. hauptsächlich Allylglycidäther, Isopropylglycidäther, Butylglycidäther in Mengen bis zu 60% eingesetzt. Die resultierenden Epoxydharztypen sind mit ihren Viskositäten und Vernetzungswerten in Tabelle 2 zusammengefasst.

4. Härtungsmittel für Epoxydharze

Die speziellen Eigenschaften der Epoxydharze treten erst nach erfolgter Vernetzung der Kettenmoleküle unter Einwirkung saurer

POOR ORIGINAL

- 6 -

oder basischer Härtungsmittel bei meistens erhöhten Temperaturen auf. Bei diesem Härtungsvorgang wird durch Aufspaltung der Epoxydringe des Harzes oder der Anhydrid-Gruppierung der als saure Härter verwendeten Dicarbonsäure-anhydride eine Abspaltung flüchtiger Stoffe des Molekulargewicht sehr stark erleichtert, sodaß das ausgehärtete Epoxydharz bei Temperaturerhöhung nicht mehr flüssig wird, sondern nur oberhalb bestimmter Temperaturen in einen gummielastischen bzw. plastischen Zustand übergeht. Die Härtung kann je nach den verwendeten Harzen und Härtungsmitteln entweder kalt (20°C), warm ($50 - 100^{\circ}\text{C}$) oder heiß ($100 - 200^{\circ}\text{C}$) erfolgen. Durch Temperaturerhöhung werden im allgemeinen unter Verkürzung der Härtungszeit die Eigenschaften des Gießlings verbessert. Ein näheres Eingehen auf den Härtungsmechanismus muß in diesem Rahmen unterbleiben.

4.1 Heißhärtung

Als Heißhärtungsmittel für Epoxydharze wird meistens Phthalsäureanhydrid verwendet. Infolge seines hohen Schmelzpunktes müssen dabei Härtungstemperaturen oberhalb 125°C eingehalten werden. Durch Zusatz oder alleinigen Einsatz von Tetrahydro-phthalsäure-anhydrid, Maleinsäureanhydrid, Bernsteinsäureanhydrid, Glutarsäureanhydrid können die minimalen Härtungstemperaturen stark herabgesetzt werden. Das bedingt jedoch weitere Verlängerung der Härtungszeiten. Eine beträchtliche Verkürzung der Härtungszeiten ist durch Zugabe kleiner Mengen höher siedender tertiärer Amine, z.B. Dialkylanilin, möglich. Aromatische Diamine, wie Diaminodiphenylmethan und m-Phenylendiamin, sowie niedrig molekulare Anilin-Formaldehyd-Harze ergeben im allgemeinen höhere Wärmeformbeständigkeiten. Für heißhärtende Epoxydharze wird auch Dicyandiamid als Härtungsmittel eingesetzt.

4.2 Warm- und Kalt Härtung

Eine Härtung der Epoxydharze bei Temperaturen zwischen 100 und 20°C wird hauptsächlich durch aliphatische Polyamine bewirkt. Äthylendiamin, Diäthylentriamin, Triäthylentetramin und andere

POOR ORIGINAL

- 7 -

Amine mit mindestens 4 aktiven Wasserstoffatomen am Stickstoff, ferner Dialkylamino-propylamin sind hierfür am bekanntesten. Durch Addition von 2 Mol Acrylnitril an Diäthylentriamin und Triäthylentetramin werden reaktionsträgere, unter geringerer Erwär-
mung härtende, weniger toxisch wirkende Kalt- und Warmhärtungsmittel erhalten. Das für die Verarbeitung kleiner Harzmengen ungünstige Mengenverhältnis von Harz zu Härter (bei Diäthylentriamin ca. 10:1) kann durch Verwendung von mit niedrigviskosem Epoxylharz präkondensierten Polyaminen verbessert werden.

5. Produktion von Epoxylharzen

Eine vom VEB Leuna-Werke projektierte Anlage zur Herstellung von monatlich 4 t Epoxylharz sowie der erforderlichen Ausgangsstoffe Dian und Epichlorhydrin hat im Jahre 1956 ihren Betrieb aufgenommen. Es wird zunächst ein heißhärtendes Gießharz, entsprechend der Type AG-1, das sogenannte Epilox EG-1 produziert. Als Härtungsmittel hierfür dient Phthalsäureanhydrid. Im Jahre 1957 ist die technische Erzeugung weiterer Epoxylharztypen und Härtungsmittel vorgesehen.

Der VEB Chemische Werke Buna befaßt sich ebenfalls mit der Entwicklung und kleintechnischen Herstellung von Epoxylharzen auf werkseigener Rohstoffbasis. Auch im VEB Lack- und Lackkunstharzfabrik Zwickau wird auf dem Epoxylackharzgebiet gearbeitet.

In der kleintechnischen Anlage des Laboratoriums für Kunststoffe der Deutschen Akademie der Wissenschaften zu Berlin werden Versuchsmuster neu entwickelter Epoxylharztypen und reaktionsfähiger Verdünnungsmittel hergestellt.

6. Verarbeitung der Epoxylharze

6.1 Formgebung

Epoxylharze bestehen grundsätzlich aus zwei Komponenten, dem eigentlichen Harz und dem Härtungsmittel. Der Härtungsprozeß wird durch sorgfältige Mischung dieser beiden Komponenten in

POOR ORIGINAL

- 8 -

bestimmtem Verhältnis bei geeigneten Verarbeitungstemperaturen eingeleitet. Durch Eingießen der blasenfreien Harz-Härter-Mischung in bei Warm- und Heißhärtung zweckmäßigerweise entsprechend vorgeformte Formen erhält der Gießling seine Gestalt. Die Gebrauchsdauer der Harz-Härter-Mischung ist im allgemeinen auf etwa eine Stunde begrenzt und diese Gebrauchsdauer stark abhängig von der Temperatur und dem angewandten Härtemittel, so daß der Mischungs- und Gießvorgang in möglichst kurzer Zeit bei Mindesttemperaturen durchgeführt werden muß.

Als Formwerkstoffe eignen sich alle gebräuchlichen Metalle und deren Legierungen, aber auch temperaturbeständige Kunststoffstoffe und feinkörnige anorganischen Materialien, die mit Füllstoffen von Plaston gebunden sind, sowie in besonderen Fällen auch keramische Verbundstoffe, Glas, Gips und Holz. Holzformen werden durch Melaminharze, Gipsformen durch Epoxydharze porenfrei abgedichtet. Die Formen sollen möglichst glatte Oberflächen und keine scharfen Kanten aufweisen. In den meisten Fällen sind mehrtellige, oder nach der offenen Seite konisch erweiterte Formen wegen der leichteren Entformbarkeit am zweckmäßigsten. Eventuell erforderliche Formkerne müssen vor dem Erhalten entfernt werden. Bei der Konstruktion der Gießform ist das geringe spezifische Gewicht der Gießharze und in diesem Zusammenhang das evtl. schwierige Entweichen der Luft aus den Gießharzen zu beachten.

Infolge der großen Haftfestigkeit der Epoxydharze auf metallischen oder keramischen Oberflächen müssen überall dort, wo eine bleibende Verbindung der Form mit dem Gießling unerwünscht ist, und die Formen nach der Härtung entfernt werden sollen, wirksame Entformungsmittel (bei Heißhärtung Silikonfett oder Silikonlack, bei Kalthärtung Hartwachs) aufgetragen werden. Zur Erzielung glatter Oberflächen empfiehlt es sich, nach sorgfältigem Einstreichen der Form die Trennschicht mit Preßluft oder durch Polieren zu glätten.

Die ausgehärteten Epoxydharze lassen sich, sofern sie keine mineralischen Füllstoffe enthalten, leicht spanabhebend bearbeiten (z.B. durch Drehen, Fräsen, Hobeln, Sägen, Bohren und

POOR ORIGINAL

- 9 -

Schleifen). Es sind jedoch geringe Schnittgeschwindigkeiten einzuhalten. Mit mineralischen Füllstoffen, insbesondere mit Quarzmehl gestreckte Epoxydgießharze sind sehr schwer und nur unter starkem Werkzeugverschleiß bei ganz geringen Geschwindigkeiten zu bearbeiten. Derartige Harzplatten werden a. b. besten mit Carborundum-Schleifscheiben zerteilt.

6.2 Härtung

Da es sich bei der Härtung nicht um einen Erstarrungsprozeß wie beim Metallgießen, sondern um einen chemischen Prozeß handelt, müssen die erforderlichen Härtungszeiten genau eingehalten werden. Die Härtungszeiten sind für die einzelnen Harztypen verschieden und außer von der Härtungstemperatur besonders von angewandten Härtungsmittel abhängig. Eine Verbesserung wie auch eine durch eine angemessene Gebrauchsdauer bedingte Verkürzung der Härtungszeit ist durch Auswahl des Harzes so weit als möglich. Ein gut ausgehärtetes Epoxydharz darf nicht spröde sein. Die Härtung der Epoxydharze AG-1, AG-11, AG-12 und AG-13 erfolgt durch längere Wärmeeinwirkung, meistens im Trocknofen, aber auch durch Infrarotstrahlung. Die Härtungszeiten nehmen mit steigender Temperatur ab und liegen bei Temperaturen von 100 bis 200°C zwischen 48 und 1 Stunden. Auf die Aufheiz- und Abkühlzeit (Bild 3). Eine Abkühlzeit von der Härtungszeit um 100 bis 200% wirkt sich in diesem Temperaturbereich nicht nachteilig aus. Die Epoxydharze AG-14, AG-17, AG-22, AG-41, AG-42, AG-66 können bei Raumtemperatur sowie in Ofen und durch Infrarotstrahlung gehärtet werden. Temperaturen über 100°C sind hierbei zur Härtung in allgemeinen nicht anzuwenden. Die Härtungszeiten schwanken bei 20 bis 100°C zwischen 48 Stunden und 90 Minuten. (Bild 4).

Die bei der Härtung der Epoxydharze auftretende Schwindung ist relativ klein. Sie setzt sich hauptsächlich aus dem Unterschied der Wärmeausdehnung des Harzes und des Füllwerkstoffes und aus der geringen Volumenkontraktion infolge der chemischen Vernetzung zusammen und ist demzufolge temperaturabhängig. Beim Umgießen größerer Metallteile ist diesem Umstand Rechnung zu

POOR ORIGINAL

- 10 -

brauen, damit ein Auftreten von Spannungsrisssen vermieden wird. Die Schwindung kann entweder durch möglichst niedrige Verarbeitungs-temperaturen bzw. hohen Füllstoffzusatz herabgesetzt oder durch Einwickeln der sich weniger ausdehnenden Teile mit elastischen Materialien ausgeschlossen werden. Größere Gießlinge sind zur Vermeidung von Spannungen möglichst im Hartecofen langsam abzukühlen.

6.3 Füllstoffe

Zur Abminderung verschiedener harzeigenschaftlicher wie auch zur Verbilligung der Gießharze ist vielfach ein Zusatz von Füllstoffen wünschenswert. Auf 100 Gew.-Teile Harz lassen sich etwa 200 Gew.-Teile (bei niedrig viskosen Harzen sogar maximal 400 Gew.-Teile) verschiedener Füllstoffe, wie z.B. Schiefer-, Porzellan- oder Quarzmehl, Quarzsand, Kaolin, Talkum, Graphit usw., in das Harz einarbeiten. Durch Zusatz metallischer Füllstoffe, wie Silber-, Kupfer- und Aluminiumpulver, lassen sich auch elektrisch leitende Epoxydharze herstellen, wie sie z.B. für sogenannte gedruckte Schaltungen benötigt werden. Die völlig trockenen Füllstoffe werden für heißhärtende Harze vorgewärmt und vor dem Härterzusatz unter Vermeidung jeglicher Blasenbildung mit dem Harz vermischt. Sollten trotzdem Blasen entstanden sein, so können sie durch längeres Stehen der Harz-Füllstoff-Mischung (ohne Härter) in der Wärme beseitigt werden.

7. Physikalische und technische Eigenschaften der ausgehärteten Epoxydharze

7.1 Allgemeines, mechanische und thermische Eigenschaften

Die ausgehärteten Epoxydharze sind schwach gelb bis braun gefärbt und klar durchsichtig. Ihre bemerkenswerteste Eigenschaft ist die hohe **Haftfähigkeit** an den meisten metallischen und nichtmetallischen Werkstoffen, die bei der Anwendung von Epoxydklebharzen ausgenutzt wird. Die mechanischen, elektrischen und sonstigen Eigenschaften sind recht gut und übertreffen meistens die für die gebräuchlichen Plastwerkstoffe und Iso-

POOR ORIGINAL

- 11 -

lierporzellan bekannten Werte. Für die heißhärtenden Epoxydharze AG-1, AG-12 und AG-13 sind Eigenschaftsdaten in Tafel 3 zusammengestellt. Ähnliche Untersuchungen an den übrigen Harztypen laufen nun werden in Kürze veröffentlicht. Die meisten Eigenschaften des niedrigviskosen heißhärtenden Epoxydharzes AG-10 und der kalt- und wärmehärtenden Epoxydharze AG-22, AG-61, AG-62 und AG-66 entsprechen den Angaben der Tabelle weitgehend. Lediglich die Wärmeformbeständigkeit ist beträchtlich geringer und liegt im ungünstigsten Fall beim AG-22 bei 50 bis 60°C.

In der Tafel 3 sind insbesondere die Veränderungen zu erkennen, die die Eigenschaften der Epoxydharze durch Zusatz anorganischer Füllstoffe erfahren. Während Schlagzähigkeit und lineare Wärmeausdehnung abnehmen, wird eine vielfache erhöhte Erhöhung der Durchschlagfestigkeit, Formbeständigkeit und Wärmeleitfähigkeit beobachtet.

Auf Grund seiner guten Formbeständigkeit kann das Epoxydharz AG-1 Dauerbeanspruchungen von 100°C, mit 200 Teilen Quarzmehl versetzt sogar 120°C ausgesetzt werden. Die Zersetzungstemperatur liegt etwa bei 300 bis 350°C. Von Interesse ist ferner die Elastizität des Epoxydharzes (Elastizitätsmodul 4500 kg/cm², mit 200 Teilen Quarzmehl versetzt bis 1500 kg/cm²) sowie eine gewisse Duktilität, wodurch Prägungen bei gewisser Temperatur unter hohem Druck möglich sind.

7.2 Elektrische Eigenschaften (Tafel 4, Bild 5 - 11)

Die elektrische Durchschlagfestigkeit liegt nur bei einigen Typen und bei einigen Polystyrol-Typen etwas günstiger, ist dagegen bei normalen Elektrokeramiken und bei den meisten Isolierstoffen niedriger als bei den Epoxydharzen. Die dielektrischen Verluste der Epoxydharze sind bei günstiger Dielektrizitätskonstante zwar geringer als bei den meisten Isolierstoffen, werden jedoch vom Polyäthylen und Polystyrol um etwa eine Zehnerpotenz unterboten. Die Frequenzabhängigkeit des dielektrischen Verlustfaktors ist beträchtlich, während sich die Dielektrizitätskonstante nur wenig mit der Frequenz ändert. Mit erhöhter Temperatur steigen der dielektrische Verlustfaktor und die Dielektrizitätskonstante, letztere beson-

POOR ORIGINAL

- 12 -

ders bei niedrigen Frequenzen, an. Die Abhängigkeit des dielektrischen Verlustfaktors vom Füllstoffzusatz wirkt sich insbesondere bei niedrigen Frequenzen unter 10^4 Hz erhöhend aus, während bei höheren Frequenzen der dielektrische Verlustfaktor bei größerem Füllstoffgehalt etwas vermindert wird.

Das kalt- und wärmehärtende Epoxydharz AG-66 weist einen ähnlichen dielektrischen Verlustfaktor und eine fast gleiche Dielektrizitätskonstante wie AG-1 auf. Die Frequenzabhängigkeit des dielektrischen Verlustfaktors ist hierbei etwas geringer, d.h. bei niedrigen Frequenzen ist der dielektrische Verlustfaktor größer, bei höheren Frequenzen kleiner als beim Epoxydharz AG-1. Erwartungsgemäß wirkt sich ein Gehalt an organisch gebundenem Chlor besonders bei niedrigen Frequenzen erhöhend auf den dielektrischen Verlustfaktor aus.

7.3 Chemische, klimatische und biologische Einwirkungen

Gegenüber atmosphärischen Einflüssen sowie Laugen und Säuren mittlerer Konzentration, mit Ausnahme der Salpetersäure, haben sich Epoxydharze bei Raumtemperatur, teilweise auch bei erhöhten Temperaturen, als beständig erwiesen. Auch die Mehrzahl der organischen Lösungsmittel greifen Epoxydharze nicht an. Lediglich Aceton, Äthylacetat, Dioxan und Trichloräthylen führen schon nach einigen Tagen zur Zerstörung des Harzes, während Schwefelkohlenstoff Quellungen hervorruft, die die mechanische Festigkeit vermindern.

Untersuchungen über die Beständigkeit der Epoxydharze gegenüber tropischen Klimaeinflüssen sollen erst im Jahre 1957 durchgeführt werden. Einige z.Zt. bereits vorliegende orientierende Ergebnisse lassen jedoch auf eine gute Tropenfestigkeit der Epoxydharze schließen. Es wurde bei der Prüfung auf Schimmelresistenz festgestellt, daß AG-1 in 7 Wochen bei 24°C und 70 bis 80% relativer Luftfeuchtigkeit von Aspergillus niger überhaupt nicht und von Chaetomium lusitanicum und Chaetomium globosum nur geringfügig an der Unterkante (Aufla-

POOR ORIGINAL

- 13 -

gestelle auf dem Nährboden) befallen wurde. Auch die Prüfung auf Termitenfestigkeit zeigte, daß die Prüftermite *Reticulitermes lucifugus rossii* vor wie nach 4-wöchiger Alterung ($60^{\circ}\text{C}/75\%$ relative Luftfeuchtigkeit) in je 6 Wochen bei 20°C und 75% relativer Luftfeuchtigkeit keine Fraßspuren erzeugte und somit das Epoxidharz als termitenfest anzusehen ist. Nach 6-monatiger Lagerung (Vorbis September 1956) von Epoxidharzplatten in Shanghai, und zwar sowohl in trockener als auch in feuchter Luft, der Versuchsstation (AG-13) wie auch in der Baustation im Urwald (AG-1), konnte keinerlei Schaden an den Platten nachweisen. Verlustfaktoren (bei niedrigen Frequenzen) nur eine geringe Erniedrigung (Bild 12) und einen um geringfügige Frequenzen der Dielektrizitätskonstante um ca. 0,2 beobachtet werden.

3. Anwendung von Epoxidgießharzen.

Im Hinblick auf die späteren Ausführungen über einige spezielle Anwendungen von Epoxidharzen soll in diesem Kapitel noch einmal auf anwendungstechnische Fragen eingegangen werden. Es soll hier kurz hervorgehoben, daß die Epoxidgießharze in erster Linie als Elektroisolierwerkstoff und Konstruktionsmaterial Verwendung finden.

Ihr Einsatz bietet nicht nur qualitative sondern auch technologische Vorteile. Da zur Formgebung kleinerer Teile meist nur erforderlich ist, werden keine kostspieligen Spezialwerkstatteinrichtungen, wie große Pressen oder Spritzgießmaschinen, sondern keine aus Spezialwerkstoffen mit großen Abmessungen hergestellten Formen benötigt. Die Verarbeitung der Epoxidgießharze erfolgt nicht in speziellen plastverarbeitenden Anlagen, sondern kann ohne Schwierigkeiten in den Fertigungsanlagen des anwendenden Betriebes mit eingebaut werden. Vorherzusehen, abgesehen von gänzlich neuen bisher nicht durchführbaren konstruktiven Möglichkeiten, durch Anwendung der Epoxidgießharze vielfach eine beträchtliche Vereinfachung oder sogar ein Wegfall der Montage der Einzelteile. Dadurch wird, verbunden mit dem besseren Schutz der eingebetteten Teile gegen klimatische Einflüsse und der dadurch erhaltenen Konstanz der mechanischen

POOR ORIGINAL

- 14 -

u. elektrischen Eigenschaften sowie mit der auf Grund der guten elektrischen Eigenschaften möglichen Verkleinerung der Bauelemente, der relativ hohe Markpreis in viel Fällen ausgeschlossen bzw. aufgewogen.

Auf der später eingehend zu diskutierenden Eingießen von Epoxien, v. B. in Wandlern, oder Imprägnieren von Kondensatoren, soll hier das Einbetten ganzer Bauelemente und Schaltungen, die teilweise von Kabelverbindungen und Kabelendverschlüssen sowie auf dem Gebiet des Maschinenbaues die Verwendung von Epoxymörtel-Verbindungen verschiedenster Art kurz angedeutet werden.

4. Epoxidharze

Die u. a. in der DDR produzierten bzw. als Entwicklungsergebnisse vorliegenden Epoxidharztypen lassen noch einige Wünsche hinsichtlich Verarbeitungsweise und Eigenschaften offen. Es wird das Ziel der Entwicklungsarbeiten der nächsten Zeit sein, diese Lücken zu schließen.

a. Hinblick auf die bessere Verarbeitungsmöglichkeit besonders bei tiefen Temperaturen werden Epoxidharze noch wesentlich niedrigerer Viskosität, die auch im Vakuum verarbeitet werden können, benötigt. Durch die Größe des Grundmoleküls der Dian-Epichlorhydrin-harze ist dem eine Grenze gesetzt, die etwa bei 30.000 cf 20°C für das Grundharz liegen dürfte. Eine Unterschreitung dieses für die Kaltverarbeitung viel zu hohen Wertes ist nur durch Zusatz reaktionsfähiger Verdünnungsmittel oder durch Übergang zu Grundharzen auf anderer Basis möglich.

Durch andere Hartungsmittel soll die Härtezeit auch bei Zimmertemperaturen oder Temperaturen zwischen 0 bis 20°C auf ein Minimum von einigen Minuten verkürzt, die Gebrauchsdauer der Harz-Härter-Mischung bei der Verarbeitungstemperatur dagegen beträchtlich verlängert werden. Beide Forderungen widersprechen sich jedoch, da durch den Zusatz des Hartungsmittels der Härtungsvorgang bereits ausgelöst wird und sein Ab-

POOR ORIGINAL

- 15 -

lauf eine bestimmte Zeit erfordert. Der Einsatz an sich bekannter Schnellhärtungsmittel würde die Gebrauchsdauer soweit verkürzen, daß die erforderliche sorgfältige Mischung beider Komponenten unmöglich wird. Es ist deshalb zu bezweifeln, ob sich dieses Problem für die Kalthärtung überhaupt befriedigend lösen läßt.

Außer einer wesentlichen Verbesserung der dielektrischen Eigenschaften wird ferner eine Erhöhung der Wärmeformbeständigkeit und eine Verminderung der Brennbarkeit der Epoxydharze gefordert. Für Spezialzwecke werden elastische Epoxydharze benötigt. Mit Ausnahme des ersten Wunsches hinsichtlich der elektrischen Eigenschaften, dessen Realisierung nur durch Einsatz grundsätzlich anders aufgebauter Plastwerkstoffe, die nicht mehr als Epoxydharze zu bezeichnen sind, durchführbar sein wird, erscheint eine Erfüllung der übrigen Forderungen in absehbarer Zeit möglich.

Literatur:

- 1.) H. Jahn: Aufbau, Eigenschaften und Anwendung von Epoxydharzen, Plaste und Kautschuk 1 (1954) 90-91, 23-24
- 2.) H. Jahn: Epoxydharze in der Technik, Die Technik, Messen und Heft 1054, 157-160
- 3.) H. Jahn u. W. Schäfer: Gießharze auf Basis von Epoxidpolyether, Plaste und Kautschuk 2 (1955) 224-226, 202-203
- 4.) H. Jahn u. W. Schäfer: Epoxydharze als Isolierwerkstoff und Konstruktionsmaterial, Deutsche Elektrotechnik 10 (1956) 172-176

POOR ORIGINAL

Epoxyd- harz- type	Cl- Ge- halt %	Ep- oxyd- äqui- val.- Gew.	Mol.- Gew.	Ep- oxyd- grup- pen je Mol	Asche- gehalt %	Erwei- chungs- punkt °C	Viskosität cP
AG-1	0,4	350 - 370	600 - 620	1,7	0,05	35	50°C: 750 000
AG-3	0,3	730 - 760	ca. 1 400	-	0,05	60	50°C: 720 . 10 ⁶
AG-10	0,5	200 - 210	370 - 380	1,8	0,03	-	20°C: 80 000
AG-10 C	5,0	250 - 280	390 - 400	1,5	0,03	-	20°C: 75 000

Tafel 1: Eigenschaften der ungehärteten Epoxydgrundharze

Go:61.57/1 (4)

POOR ORIGINAL

Epoxyd- harz- type	Grund- harz- type	reakt.fähig, Verdünnungs- mittel	Viskosität (20°C) cP	Verwendungs- zweck
AG-11	AG-1	AGÄ	150 000	Verbundharz
AG-12	AG-1	PAGÄ	$9 \cdot 10^6$	heißhärtendes
AG-13	AG-1	PAGÄ	$70 \cdot 10^6$	Gießharz
AG-23	AG-10	DBP	3 000	kalthärtendes
AG-61	AG-10	AGÄ + DBP	1 500	Gießharz
AG-62	AG-10	AGÄ + DBP	1 000	und
AG-66	AG-10	AGÄ	700	Verbundharz

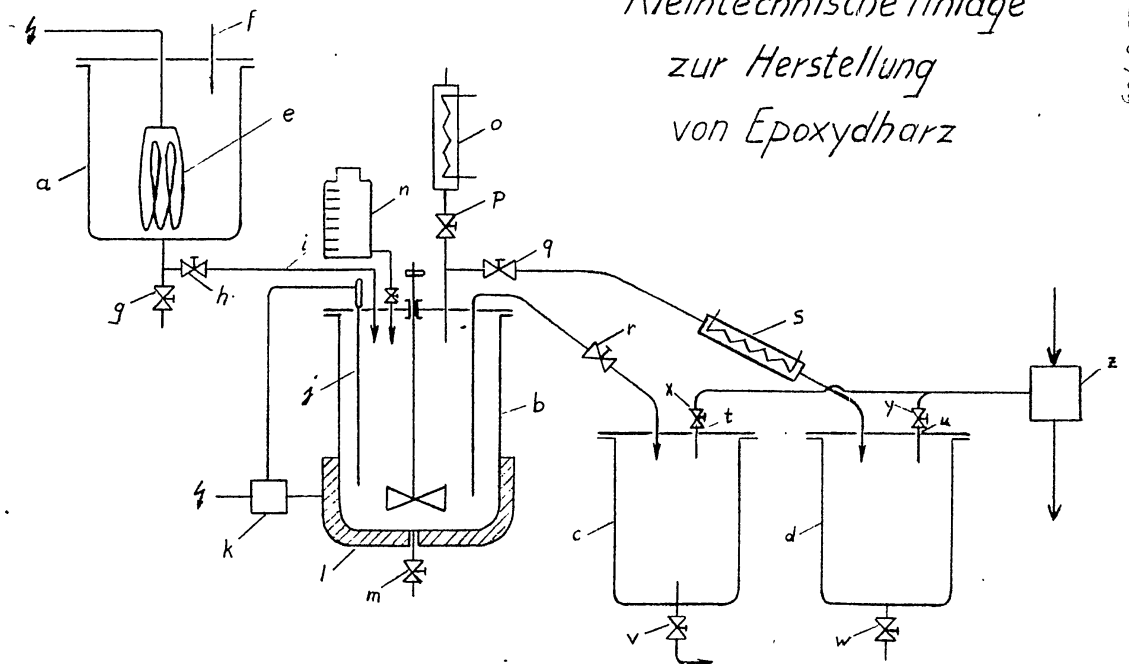
Tafel 2: Zusammensetzung, Viskosität und Verwendungszweck
niedrigviskoser Epoxydgießharze

60:60.57/1 (4)

POOR ORIGINAL

Bild 1
Kleintechnische Anlage
zur Herstellung
von Epoxydharz

60/52.57/1 (11)



POOR ORIGINAL

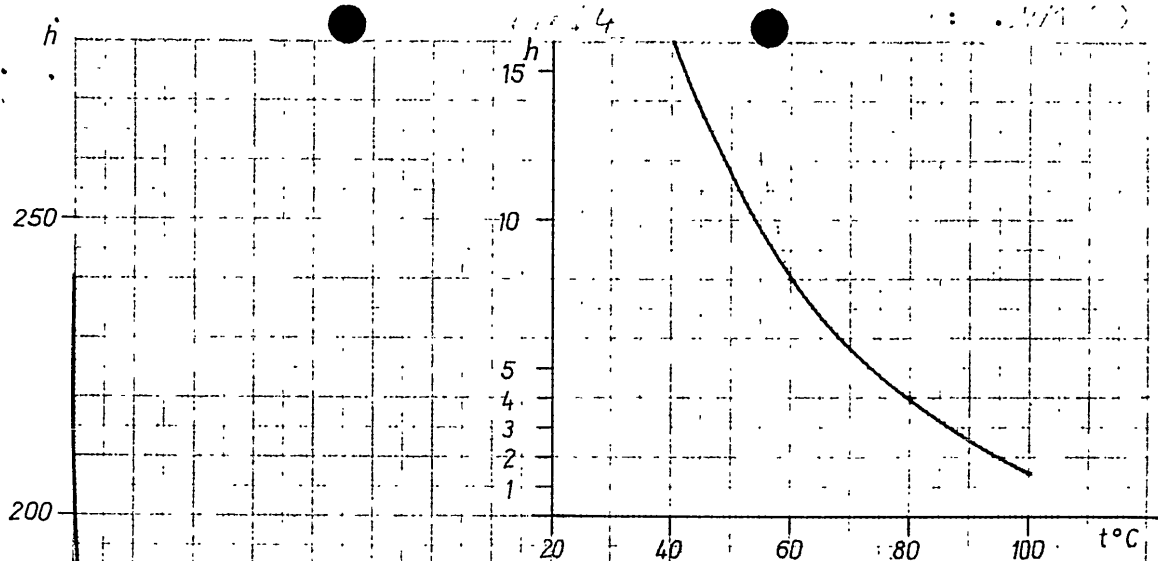
Bild 1a

Zeichenerklärung

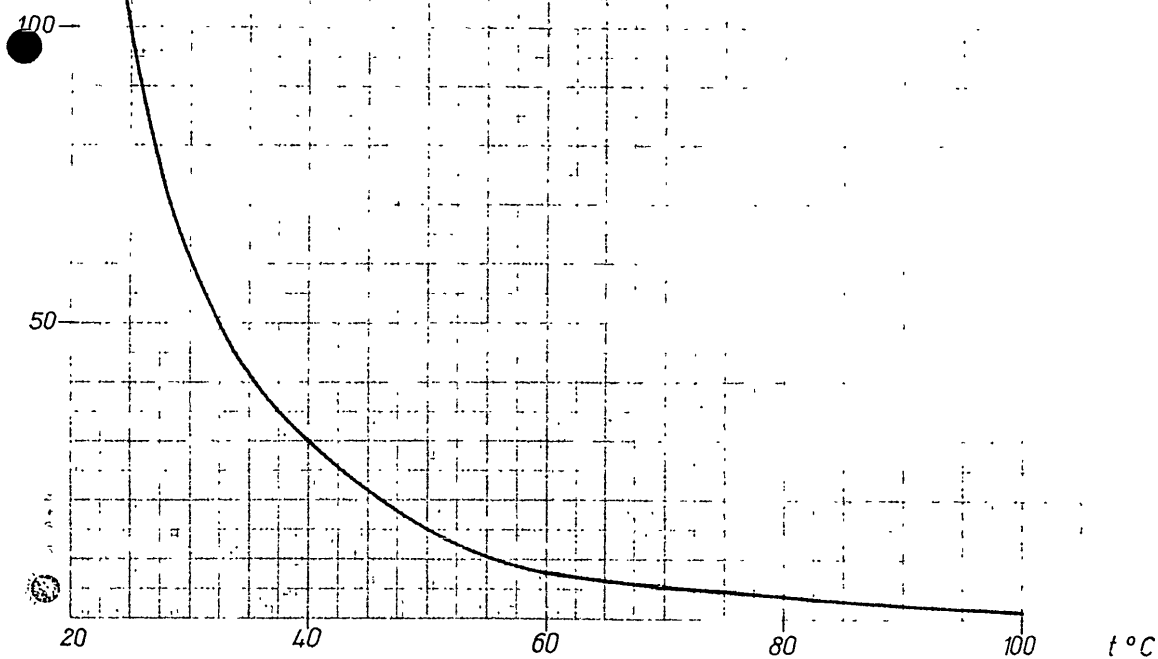
- a - 50 l Hängegefäß m. Auslaufstutzen, HG 80
- b - 50 l Hängegefäß m. Auslaufstutzen, LG 50
- c - 50 l Hängegefäß m. Auslaufstutzen, HG 50
- d - 50 l Hängegefäß m. Auslaufstutzen, HG 50
- e - Heizspirale 4,5 KW
- f - Wasserzufluß
- g,m,v,w - Auslaufhöhe NW 25
- n,p,q,r,- Durchgangshöhe NW 25
- x,y i - Gaswasserzufluß
- j - Kontaktthermometer
- k - Relais
- l - Elektr. Heizung 5,5 KW
- n - Tubusflasche für Epichlorhydrinazidate
- c - Rundrohrkühler m. Rundboden
- s - Rundrohrkühler
- t,u - Vakuumanschlüsse
- z - Wasserstrahlpumpe

10: 15/57/1 ()

POOR ORIGINAL



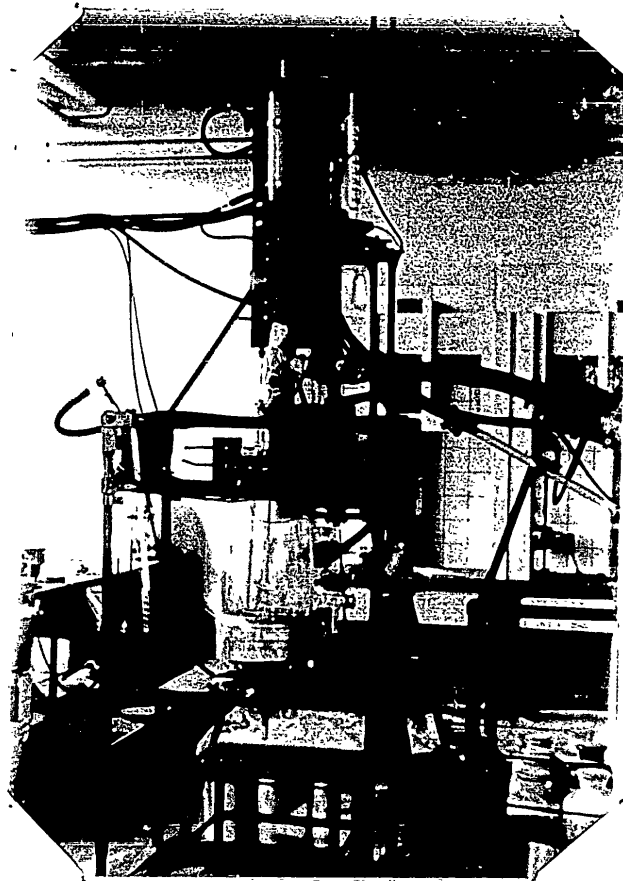
Tafel 4: Härtingsbedingungen von Epoxydharz AG-66
(Härter AH-5), zuzüglich 2 h / 20 °C Vorhärtung



POOR ORIGINAL

B i l d 2

=====



POOR ORIGINAL

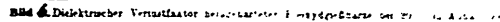
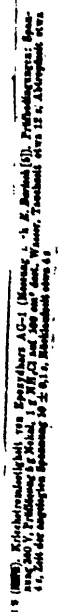
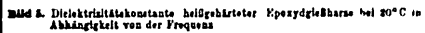
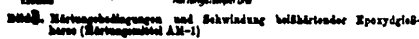
	Maßeinheit	Epoxydharz AG-1		Epoxydharz AG-12		Epoxydharz AG-13		PhenolharzpreEmasse			Hart-PVC (Eksdur)	Isolierporzellan (glasert)
		ohne	Quarzmehl	ohne	Quarzmehl	ohne	Quarzmehl	füllstofffrei	Typ 11	Typ 31 ¹⁾		
Füllstoff Art	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Menge auf 100 Teile Harz	—	—	200	—	200	—	200	—	200	150	—	—
Härteart	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Druck	kg/cm ²	ohne	—	ohne	—	ohne	—	300	350	350	350	—
Temperatur	°C	110—180	—	110—180	—	110—180	—	160	165	170	170	—
Zeit	h	11—4	—	11—4	—	11—4	—	0,2	0,5	0,5	0,02	—
Eigenschaft												
Spezif. Gewicht	g/cm ³	1,23	1,80	1,21	1,80	1,21	1,82	1,26	1,85	1,13	1,08	2,4
Zugfestigkeit	kg/cm ²	760	950	700	830	610	710	550	150	250	500	100
Bruchfestigkeit	kg/cm ²	1100	1350	1100	1400	1310	1210	850	300	700	1100	250
Schlagfestigkeit	kg/cm ²	18	7,0	16	6,0	16	6,0	5—10	3,5	6,0	100	2,0
Kugeldruckhärte nach DIN	kg/cm ²	1100	1510	1110	1500	1130	1480	1300	1800	1300	1600	—
Abriebfestigkeit ²⁾	mm ³	297	151	297	185	269	177	—	—	200	150	—
Formbeständigkeit nach Martens	°C	108	127	82	100	78	102	155	150	125	67	—
nach Vicat	°C	106	130	—	—	—	—	—	—	—	89	—
Wärmeausdehnung	10 ⁻⁶ mm/mm °C	60	36	66	12	68	38	80	15—30	30—50	80	3—5
Wärmeleitfähigkeit	W/mK	0,17	0,76	0,17	0,78	0,17	0,80	0,14	0,65	0,27	0,11	0,9—1,3
Spezif. Wärme	W/kg °C	0,29	0,25	0,29	0,22	0,29	0,22	0,20—0,25	0,28—0,30	0,33—0,38	0,21	0,22
Wasseraufnahme ³⁾ 7 Tage 20 °C	(Gew.-%)	0,27	0,21 ⁴⁾	0,23	0,28 ⁴⁾	0,29	0,23 ⁴⁾	—	0,2	1,3	—	0,0
1 h 100 °C	(Gew.-%)	51	60 ⁴⁾	10	70 ⁴⁾	49	53 ⁴⁾	30—40	80	250	20	0,0
1 h 100 °C	(Gew.-%)	0,12	0,08	0,55	0,22	0,48	0,21	—	—	—	—	0,0
1 h 100 °C	(Gew.-%)	73	21	93	53	81	50	—	—	—	—	0,0
Dielektrizitätskonstante 50 Hz/20 °C	ϵ	3,7	4,2	3,8	4,3	3,8	4,2	5	9	8	3,1	5,5—6,0
Dielektr. Verlustfaktor 50 Hz/20 °C	$\tan \delta \cdot 10^4$	10	11	10	225	59	159	170	1000	700	200—400	100—200
Durchschlagsfestigkeit n. VDE	kV/cm eff.	450	510	450	500	450	510	50—100	150—200	150—200	300—500	360

¹⁾ Mindestwerte der Typentafel. ²⁾ Prüfung mit Abriebprüfmaschine APGI (VEB Werkstoffprüfmaschinen Leipzig). ³⁾ Prüfkörper bei Epoxydharzen 30 x 15 x 4 mm entsprechend DIN 53471 und 53472. ⁴⁾ Wasserlagerung 10 Tage.

Tafel 6. Elektrische und sonstige Eigenschaften von Epoxydharz AG-1 ohne Füllstoff und mit Quarzmehl im Vergleich mit Isolierporzellan

Eigenschaft	Einheit	Epoxydharz AG-1	Epoxydharz AG-1 200 Q ¹⁾	Isolierporzellan (glasert)
Dielektrizitätskonstante 20°/50 Hz	ϵ	3,70	4,19	—
20°/800 Hz		3,70	4,16	5,5—6,0
20°/10 ⁵ Hz		3,62	4,07	—
80°/800 Hz		3,26	4,29	—
Dielektrischer Verlustfaktor 20°/50 Hz	$\tan \delta \cdot 10^4$	33	73	—
20°/800 Hz		40	41	100—200
20°/10 ⁵ Hz		200	150	—
80°/800 Hz		32	82	—
Durchschlagsfestigkeit n. VDE (3 mm)	kV/cm eff.	150	510	360
Kriechstromfestigkeit	—	gut	—	gut
Durchgangswiderstand	$\Omega \cdot \text{cm}$	10 ⁻¹⁴ —10 ⁻¹¹	—	10 ⁻¹⁴ —10 ⁻¹¹
Schimmelresistenz	—	gut	—	—
Spez. Gewicht	g/cm ³	1,2	1,8	2,4
Bruchfestigkeit	kg/cm ²	1100	1100	950
Schlagfestigkeit	kg/cm ²	18	—	2
Formbeständigkeit nach Martens	°C	108	127	—
Lineare Wärmeausdehnung	10 ⁻⁶ mm/mm °C	60	36	—
Wärmeleitfähigkeit	W/mK	0,17	—	0,9—1,3
Wasseraufnahme 7 Tage 20 °C	(Gew.-%)	0,27	—	—

¹⁾ 100 Teile Epoxydharz : 200 Teile Quarzmehl



POOR ORIGINAL

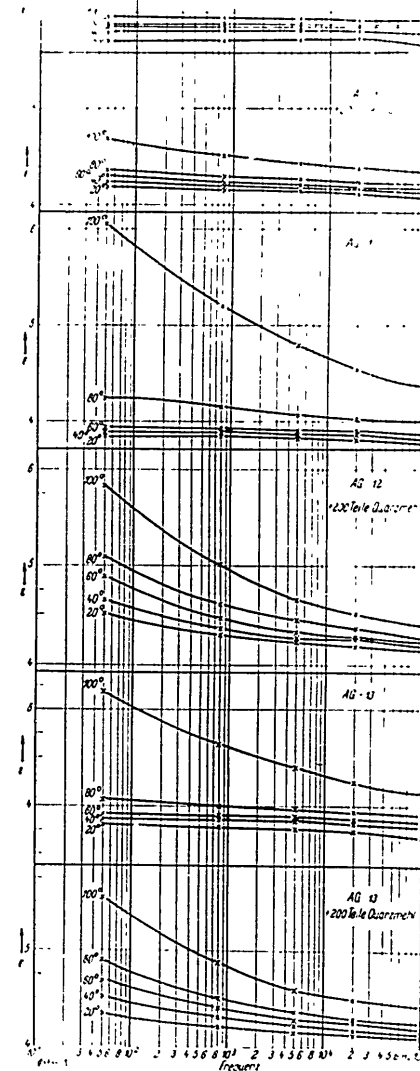
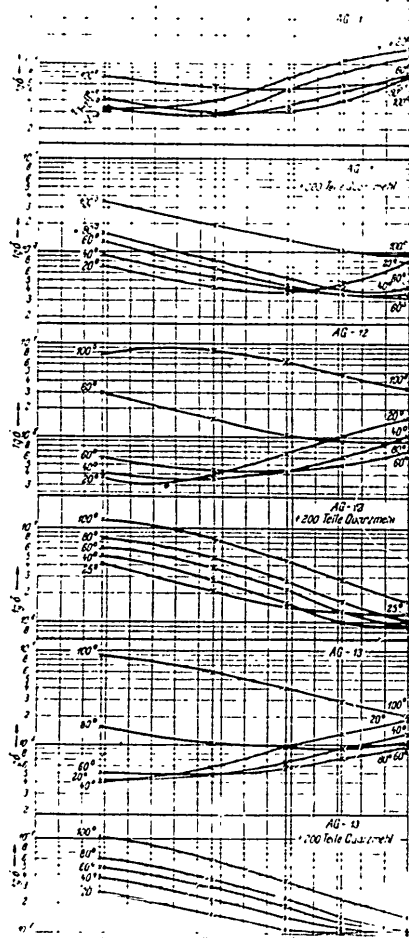
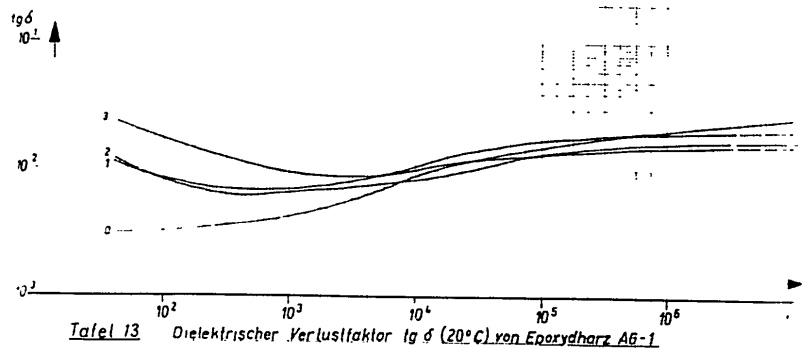


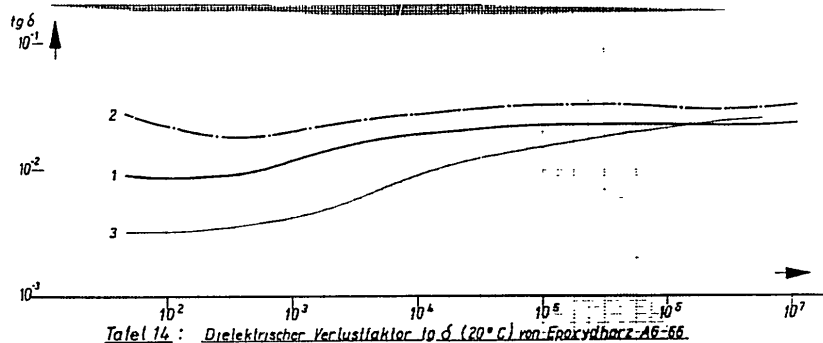
Bild 7. Dielektrizitätskonstante heißgehärteter Epoxydglaskunststoffe in Abhängigkeit von der Temperatur und der Frequenz

Bild 6 (links): Dielektrischer Verlustfaktor heißgehärteter Epoxydglaskunststoffe in Abhängigkeit von der Temperatur und der Frequenz

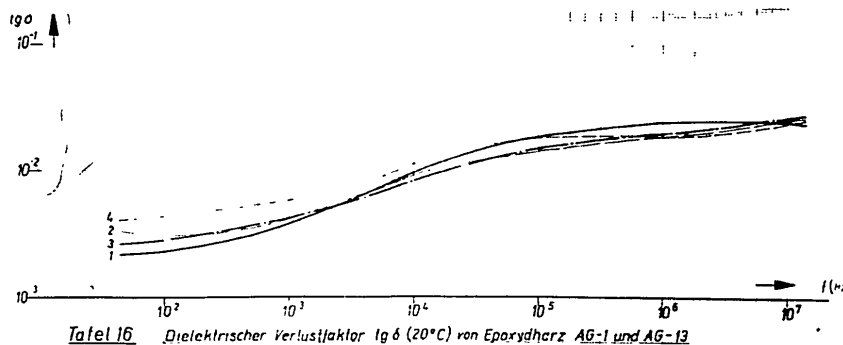
POOR ORIGINAL



Kurve 0 ohne Füllstoff
 Kurve 1 100 TI AG-1 + 50 TI Quarzmehl
 Kurve 2 100 TI AG-1 + 100 TI Quarzmehl
 Kurve 3 100 TI AG-1 + 350 TI Quarzmehl



Kurve 1 — AG-66a (0,4 % CI)
 Kurve 2 - - AG-66a (5,3 % CI)
 Kurve 3 — AG-1 (zum Vergleich)



Kurve 1 — AG-1 nach 5 monatiger Lagerung
 Kurve 2 — AG-1 ohne Behandlung
 Kurve 3 — AG-13 nach 5 monatiger Lagerung
 Kurve 4 — AG-13 ohne Behandlung

POOR ORIGINAL

50X1-HUM.

(15)

(21)

Verwendung von Epoxyd-Gießharzen im KondensatorenbauTechnische Forderungen

von Dr.-Ing. Hans S c h u l z.

VEB-Kondensatorenwerk Gera.

In der Kondensatorenindustrie haben Epoxyd-Gießharze mit ihrer vielfältigen Anwendungsmöglichkeit bereits für einige Spezialzwecke praktischen Eingang gefunden. Hierzu gehört u.a. die Verwendung als Imprägniermittel (1), als Vergußmasse (2), als Isolatormaterial (3).

Auf diesen Wege ließen sich beachtliche Verbesserungen und Erfolge von größerer Bedeutung, so z.B. bei gehäuselosen Klein- und Kleinst-Kondensatoren erzielen.

Auf die Verwendung als allgemein anwendbares Klebemittel soll an dieser Stelle nicht eingegangen werden.

1. Epoxydharz als Imprägniermittel.

Infolge der Verkleinerung der Abmessungen und Verbesserung der Qualität von Papier-Rohr-Kondensatoren, deren Aufbau bisher aus einem wachsimprägnierten Wickel in einem Isolierrohr aus Hartpapier, Keramik oder Glas mit Bitumenverguß bestand, - konnte Epoxydharz als Imprägnier- und als Vergußmittel unter Einsparung des Isolierrohres mit gutem Erfolg eingesetzt werden. Am günstigsten verhält sich hierbei das Epoxydharz der Firma CIBA, Basel, unter der Bezeichnung "Araldit F" in Verbindung mit dem Härter 903, das auch bereits im großen in die Kondensatorenfertigung des VEB-Kondensatorenwerk Görlitz aufgenommen worden ist.

Die an ein solches Harz zu stellenden technischen Forderungen ergeben sich einmal aus den zur Funktion notwendigen elektrischen Werten, zum anderen aus den Bedingungen des technischen Herstellungsprozesses derartiger Papierwickel-Kondensatoren.

1.1 Elektrisches Verhalten.

Der chemisch-strukturelle Aufbau der Epoxydharze setzt eine Reihe von guten elektrischen Eigenschaften dieser Stoffe von Haus aus voraus.

SECRET

- 2 -

POOR ORIGINAL

- 2 -

Hierzu gehört vor allem die gute Isolation, die im Bereich von 10^{16} ... 10^{17} Ohm x cm, gemessen am reinen Material, bzw. in der Größenordnung 10^{14} , gemessen am Mischdielektrikum Harz-Papier, liegt.

Die Dielektrizitätskonstante, die mit 3.7 zwischen derjenigen von Kohlenwasserstoff- und Chlornaphthalin-Wachsen liegt, gibt mit dem Papier als Abstandshalter eine Misch-Dielektrizitätskonstante von ausreichender Höhe (etwa 5,1, entsprechend 90 % der Dielektrizitätskonstante des Chlornaphthalin-Waxes). Der Temperaturkoeffizient ist positiv und bewegt sich in der Größenordnung von 1×10^{-3} pro Grad C im Temperaturbereich zwischen -40 und + 100°C.

Die dielektrischen Verluste, die für den $\tan \delta$ am Material = 3×10^{-5} und am Misch-Dielektrikum Harz-Papier mit $8 \dots 10 \times 10^{-5}$ bei 800 Hz und 20°C liegen und einen befriedigenden Verlauf mit negativem Temperaturkoeffizienten in weitem Temperaturbereich zeigen, entsprechen durchaus den Forderungen der Güteklasse 1 für Papier-Kondensatoren nach DIN 41 140.

Die verhältnismäßig hohe Durchschlagsspannung bei guter Kriechstromfestigkeit ergibt Kondensatoren hoher Spannungsfestigkeit mit hinreichender Sicherheit in Bezug auf die Betriebsspannung.

1.2 Technologische Eigenschaften.

Ausschlaggebend für die Vorgänge:

1.2.1 Imprägnierung.

Da es bei der Imprägnierung auf das unbedingte Ausfüllen sämtlicher Hohlräume und das möglichst tiefe Eindringen in die Kapillaren der Zellulosefaser des Papiers ankommt, kann für diese Zwecke nur ein besonders dünnflüssiges Epoxydharz Verwendung finden.

Die unter Vakuum verlaufende Imprägnierung erfordert auch, daß weder das Harz noch der zur Umsetzung erforderliche Härter Lösungsmittel oder irgendwelche flüchtigen Bestandteile enthält. Evtl. sich im Harz befindliche Feuchtigkeit wird durch Vorwärmen im Vakuum entfernt.

- 3 -

POOR ORIGINAL

- 3 -

Zur Herabsetzung der Viskosität wird die Imprägnierung auch bei erhöhter Temperatur, ca. 70° des kurz zuvor mit dem Härter vermischten und evakuierten Harzes, durchgeführt. Die Viskosität muß sich hierbei in dem Bereich zwischen 100 ... 200 cP bewegen.

1.2.2 Härtung.

Der Härtungsvorgang hat nach erfolgter Imprägnierung und Entfernung der imprägnierten Wickel aus dem Imprägnierkessel unter Steigerung der Temperatur, jedoch nicht über 135°, während einiger Stunden einzusetzen. Gegebenenfalls ist die Härtung auch in 2 Phasen, einer Vorhärtung und einer Aushärtung durchzuführen.

Dies ist erforderlich, damit die Umsetzung beim Aushärtungsprozeß nicht schon während des Imprägniervorganges einsetzt, sondern das Harz-Härter-Gemisch eine bestimmte Standzeit von einigen Stunden besitzt. Damit soll erreicht werden, daß einmal angesetzte Harz-Härter-Gemische für mehrmalige Imprägnierungen Verwendung finden können und gegebenenfalls durch laufenden Zusatz frischen Harz-Härter-Gemisches die Standzeit noch weiter verlängert werden kann.

Die bei dem chemischen Prozeß der Härtung auftretenden Volumenkontraktions-Erscheinungen sollen möglichst gering sein.

1.2.3 Vergießen (siehe auch unter 2)

Nach erfolgter Imprägnierung und Anhärtung werden die Stirnseiten der Papier-Wickel mit dem gleichen Harz-Härter-Gemisch vergossen. Dies kann jedoch für diesen Zweck eine etwas höhere Viskosität bis max. 1500 cP bei 60°C besitzen. Der Verguß erfolgt mittels geeigneter Düsen aus einem vorgewärmten Kessel.

1.3 Wasserdampfdurchlässigkeit.

Eine den Epoxydharzen als Stoffklasse eigene Material-Konstante, die für die geschilderten Einsatzzwecke maßgebende Bedeutung hat, ist eine gewisse Wasserdampfdurchlässigkeit. Verglichen mit den auf Kohlenwasserstoffbasis aufgebauten Kunststoffen liegt sie zwischen dem Polyäthylen und dem Polystyrol.

- 4 -

POOR ORIGINAL

- 4 -

Die absoluten Werte für die Diffusionskonstante in der Dimension 10^{-8} g pro cm . h . Torr verhalten sich bei diesen Stoffen etwa wie folgt:

Polyäthylen	0,2
Araldit	1,1
Polystyrol	3,3.

Aus diesem Grunde wurde auch zu dem Kunstgriff der Umhüllung der gehäuselosen Klein-Kondensatoren mit einer dünnen Metall-Mantel-Folie geschritten. Durch diese Maßnahme war es möglich, die Wasserdampfdiffusion in dem Wickel auf ein den DIN-Vorschriften entsprechendes Maß zu reduzieren und somit die praktische Einsatzmöglichkeit des Epoxydharzes für diese Zwecke auszunutzen.

1.4 Klimafestigkeit.

Bezüglich der Erweiterung des Bereiches der Klimafestigkeit dürfte es wohl etwas gewagt sein, wollte man gemäß den Prospektangaben der Firma CIBA, Basel, den Epoxydharzen, und somit auch in unserem Fall, den völlig damit eingehüllten Klein-Kondensatoren das Prädikat "tropenfest" zuschreiben.

Aufgrund von in dieser Richtung durchgeführten Versuchen nach DIN 50010, wobei Kondensatoren ohne Spannung über eine Zeit von 48 Wochen einer Reihe von Klimaten, und zwar K 40, N 80, F 95 und U 60, ausgesetzt wurden ohne entscheidende Verschlechterung zu erleiden, muß man diesen Kondensatoren eine erhöhte Klimafestigkeit über einen weiten Bereich zuerkennen.

1.5 Spannungsfestigkeit.

Die Spannungsfestigkeit bei 100°C im Vergleich zu derjenigen bei 20° wurde ebenfalls ermittelt, wobei noch die 5-fache Sicherheit gegenüber den DIN-Vorschriften festgestellt wurde.

Eine Belastung derartiger für Gleichspannungs-Zwecke dimensionierter Kondensatoren an Wechselspannung mit 20 % Überspannung im Verlauf von 34 Wochen bei den Temperaturen von 40 und 60° wurde von diesen ohne Veränderung ausgehalten.

- 5 -

POOR ORIGINAL

- 5 -

1.6 Durch vorgenannten Epoxydharz-Einsatz erzielte Verbesserungen.

Werden für das Epoxydharz die sich aus dem elektrischen Verhalten und den technologischen Arbeitsgängen ergebenden Forderungen eingehalten, so wird die Möglichkeit der Herstellung neuer qualitätsverbesserter und kleinerer Kondensatoren garantiert.

Von den Vorzügen, die solche Kondensatoren, den bislang üblichen Ausführungen gegenüber, aufweisen, seien als wesentlichste folgende aufgeführt:

Wegfall der Gehäuse, dadurch

Volumenverkleinerung um 50 ... 90 %

Gewichtsverminderung um 30 ... 85 %

Erweiterung des zulässigen Betriebsbereiches auf
-40 ... + 100° (gegenüber dem Bereich von
bisher 0 ... + 60°)

Wesentlich erweiterte Klimafestigkeit
(bereits oben erwähnt)

Weitgehendste Schlag- und Stoßfestigkeit

Absolute Schüttelsicherheit, ausreichende Höhenfestigkeit,

Kleinere Induktivität durch verkürzte Anschlußwege
u. Abschirmung durch
Metallfolie.

2. Epoxydharz als Vergußmasse.

Für Zwecke des Vergusses als Gehäuseabschluß von Kondensatoren hat der Einsatz von Epoxydharzen - auch in diesem Falle der CIBA-Erzeugnisse und wiederum vorzugsweise des Araldites F - anfangs erhebliche Schwierigkeiten bereitet. Diese beruhen im wesentlichen auf einer ungenügenden Haftung des Harzes am Becherrand und führten bei der Dichtigkeitsprüfung zu Ausfällen.

Alle von den Herstellern empfohlenen und allgemein üblichen Methoden des mechanischen und chemischen Aufrauens der Gehäuse-Innenwandungen in Höhe des Vergusses konnten hier keine zuverlässige Abhilfe bringen. Erst durch Anwendung konstruktiver Hilfsmaßnahmen, die durch bestimmte Umbördelung des Becherrandes bei zylindrischen Gehäusebechern den Schrumpfungerscheinungen gegenüber, in Anbetracht der Federwirkung des Bördelrandes, einen gewissen Ausgleich bieten, konnte eine solche endgültige

- 6 -

POOR ORIGINAL

- 6 -

Lösung in Kombination mit einer Preßspan-Abdeckscheibe und vorheriger einwandfreier Trocknung gefunden werden.

Da der Epoxydharz-Verguß in den meisten Fällen als Ersatz für einen dichten Abschluß mit verlötetem Deckel dienen soll, spielt der im Vergleich z.B. zum Polyäthylen immerhin recht hohe Wasserdampfdiffusionskoeffizient des Harzes als Abschluß gegen Luftfeuchtigkeit für die Konstanz der Isolation der Kondensatorenwickel eine ausschlaggebende Rolle.

Aus diesem Grunde ist es für Vergußzwecke erforderlich, den Epoxydharzen geeignete Zusätze, wie Quarzsand und Ähnliches in solchen Mengen zuzusetzen, die ein praktisches Vergießen gerade noch zulassen und in der Größenordnung von 200 ... 400 % liegen können.

Diesen Umständen Rechnung tragend, hat die Technologie für den Verguß heizbare Kessel mit Rührwerk und geeigneten Vergießdüsen vorzusehen.

Hinsichtlich der Aushärtung des Harzvergusses gilt analog das hierfür unter Punkt Härtung im wesentlichen bereits Gesagte.

Auch die Standzeit für ein solches Harz-Rührer-Verguß-Gemisch muß eine Mindestdauer von einigen Stunden besitzen, wenn es sich um eine fortlaufende Fertigung handelt.

Der bis jetzt nicht zuletzt durch den Import noch recht hohe Preis und die Lieferschwierigkeiten gestatten allerdings zunächst nur eine eingeschränkte Verwendung für die geschilderten Spezialzwecke. Bei günstigerer Preislage und besseren Liefermöglichkeiten würden sich für diesen Einsatz weit größere Aussichten bieten.

3. Epoxydharz als Isolatormaterial.

Auf die Verwendungsmöglichkeit von Epoxydharzen als Werkstoff für Durchführungsisolatoren ist in der zuständigen Fachliteratur schon zur Genüge hingewiesen worden.

- 7 -

POOR ORIGINAL

- 7 -

Bezüglich der Anwendung speziell für Kondensatoren-durchführungen in Verbindung mit Metallgehäusen und Deckeln gilt im wesentlichen das bereits im vorangegangenen Absatz über Vergießen Gesagte.

Dabei sind die Aufgaben in Bezug auf das gute Haften an dem Becherdeckel und den dichten Abschluß in analoger Weise und gegebenenfalls unter Anwendung der gleichen Arbeitsweise durchzuführen.

Die in dieser Richtung für den dichten Einbau von Kondensatoren mit mehr oder weniger gutem Erfolg durchgeführten Versuche hatten u.a. das Ziel, Schwierigkeiten in der Belieferung mit den sonst hierfür üblichen einlötbaren Glasperlen zu umgehen.

Auf die elektrischen Eigenschaften dieser Epoxydharz-Durchführungen und ihre Abhängigkeit von Harz-Mischungen und -Zusatzarten soll an dieser Stelle nicht eingegangen werden.

Zusammenfassend kann wohl mit Recht gesagt werden, daß die Verwendung von Epoxydharzen in der Kondensatorentechnik sich zwar noch in den ersten Anfängen befindet, jedoch bereits gute Erfolge zu verzeichnen und noch weitere, bzw. bessere, zu erwarten sind.

Dabei dürfte eine schnelle Regelung der Belieferung aus einer besser als die Importe steuerbaren DDR-eigenen Fertigung noch weit größere Möglichkeiten und bessere Ausnutzung der guten Eigenschaften dieser Harzklasse erbringen und somit zu einem allgemeinen Fortschritt in der Kondensatorentechnik führen.